

**Entwicklungen am Neutronendiffraktometer  
STRESS-SPEC für schnelle und lokale  
Polfigurmessungen zur Bestimmung  
ortsaufgelöster Texturen**

**Dissertation**

zur Erlangung des Grades eines Doktors  
der Ingenieurwissenschaften

vorgelegt von

**Dipl. - Ing. (FH) Christian Randau**  
aus Berlin

genehmigt von der Fakultät für Natur- und Materialwissenschaften  
der Technischen Universität Clausthal,

Tag der mündlichen Prüfung

28. September 2012

**Vorsitzender der Promotionskommission**

Prof. Dr.-Ing. Babette Tonn

**Hauptberichterstatter**

Prof. Dr. rer. nat. Dr.-Ing. habil. Heinz-Günter Brokmeier

**Berichterstatter**

Prof. Dr.-Ing. habil. Lothar Wagner

## Zusammenfassung

Der weltweit zunehmende Bedarf an, speziell an ihren Einsatzzweck angepassten, Halbzeugen und Fertigkomponenten führt zur verstärkten Entwicklung von neuen Verbundwerkstoffen und Fügeverfahren. Um globale Materialeigenschaften dieser neuen Werkstoffe oder Fügeverbindungen berechnen zu können, ist das Verständnis der lokalen Variationen von Textur, Korngröße, Phasenzusammensetzung oder Eigenspannung nahe der Grenzflächen von enormer Bedeutung. Die Bestimmung dieser lokalen Variationen kann mittels Diffraktionsmethoden zerstörungsfrei erfolgen. Durch die zerstörungsfreie Analyse bietet sich die Möglichkeit, nach der Charakterisierung von Proben, weitere Untersuchungen durchzuführen, was wiederum die Kosten bei der Analyse komplexer Prototypen senkt.

Diese Arbeit legt Untersuchungsmethoden zur Analyse von Texturgradienten mittels Neutronendiffraktion dar. Dabei stellt die Texturuntersuchung lokaler Probenvolumina erhebliche Ansprüche an die Instrumentierung. Neben der Definition des zu untersuchenden, lokalen Probenvolumens mittels Strahlführungselementen, welche wiederum in einem Mindestabstand zum definierten Beugungsvolumen platziert sein müssen, ist die Positionierung großer Proben im Neutronenstrahl eine große Herausforderung. Des Weiteren führt die Reduktion des Beugungsvolumens zu Problemen in der Kornstatistik und zu einem Anstieg der benötigten Messzeit. Besonders sind bei Messungen von lokalen Polfiguren die Einflüsse durch unterschiedliche Absorption des Neutronenstrahls, aufgrund unterschiedlicher Strahlweglängen innerhalb der Probe, zu berücksichtigen.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Verfahren, zur Überwindung der geschilderten Problematik, entwickelt und am Spannungs- und Texturdiffraktometer STRESS-SPEC validiert. Durch die Definition des zu untersuchenden, lokalen Probenvolumens mittels Neutronenleiter und Radialkollimator kann ein Abstand dieser Strahlführungselemente zum Beugungsvolumen von 20cm gewährleistet werden. Der Einsatz eines Radialkollimators, bei lokalen Polfigurmessungen, konnte bereits erfolgreich am STRESS-SPEC getestet werden. Die

benötigte Messzeit erhöht sich dabei, durch die Verwendung des Radialkollimators, um 25%. Beschriebener Effizienzverlust kann durch den Einsatz eines Neutronenleiters, welcher den Neutronenfluss um ca. 50% erhöht, kompensiert werden. Zur Positionierung großer, komplexer Proben im Neutronenstrahl wurde ein Robotersystem, basierend auf einem Stäubli RX160, in die Instrumentsteuerungssoftware integriert. Dieses System ersetzt die konventionelle Eulerwiege und ermöglicht die vollautomatische Positionierung von Proben in allen sechs Freiheitsgraden, bis zu einem Maximalgewicht von 20kg. Ferner gestattet ein, in das Robotersystem integrierter, 10-fach Probenwechsler die automatische Untersuchung von Probenserien, was eine Reduktion notwendiger Rüstzeiten ermöglicht. Des Weiteren wurde ein Verfahren zur Absorptionskorrektur an Daten des Synchrotrondiffraktometers HARWI-II getestet. Dieses Korrekturverfahren kann auch auf Messdaten vom STRESS-SPEC angewendet werden. Überdies kann, durch die neu entwickelte und am STRESS-SPEC implementierte Methode der kontinuierlichen Polfigurmessung, die Kornstatistik signifikant verbessert werden. Im Vergleich zum diskreten Verfahren, entspricht die Verbesserung der Kornstatistik, bei einer Untersuchung im  $5 \times 5^\circ$  Raster, beispielsweise dem 14-fachen. Zusätzlich entfallen durch die kontinuierliche Methode die Positionierzeiten, was die benötigte Messzeit um bis zu 66% senkt. Dieses neu entwickelte kontinuierliche Messverfahren wurde bereits am HARWI-II und am Neutronendiffraktometer E3 des BER-II implementiert und kann problemlos auf andere Diffraktometer übertragen werden. Weitere Messzeitersparnisse bietet der Einsatz eines größeren und effizienteren Flächendetektors, welcher aktuell am STRESS-SPEC bereitsteht. Für die Validation dieser neuen Messverfahren musste ein Werkzeug, welches eine flexible Datenverarbeitung ermöglicht, bereitgestellt werden. Aufgrund dessen entstand im Rahmen dieser Arbeit die Datenaufbereitungs- und Analysesoftware namens "STeCa", welche inzwischen am STRESS-SPEC, HARWI-II und E3 im Einsatz ist. Betrachtet man die Gesamtheit der durch diese Weiterentwicklungen entstandenen Effekte, konnte die Effizienz bei Polfigurmessungen an STRESS-SPEC um das 27,3-fache und die Kornstatistik um das 14-fache gesteigert werden. Erstmals konnte das erfolgreiche Zusammenspiel der einzelnen Verfahren im Rahmen einer lokalen Texturuntersuchung an einer Al7020-316L Rotationsreibschweißverbindung getestet werden.

---

## **Vorwort**

Diese Arbeit entstand im Rahmen eines vom BMBF geförderten Projektes (05KN7MCA) des Instituts für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik der Technischen Universität Clausthal.

Mein Dank gilt vor allem Herrn Prof. Dr. H.-G. Brokmeier für seine fortwährende Unterstützung, die vielen Anregungen und die Betreuung dieser Arbeit. Die zahlreichen, wertvollen Diskussionen und Hinweise waren für mich eine Bereicherung.

Herrn Prof. Dr. L. Wagner danke ich für die Übernahme des Koreferats und die Erstellung des Gutachtens.

Weiterhin bedanke ich mich bei den Kollegen des FRM II, des HZG und der TU Clausthal für die gute Zusammenarbeit, die Unterstützung mittels Ratschlägen sowie die Ausdauer bei teilweise endlosen Diskussionen. Dies sind: B. Schwebke, G. Seidl, J. F. Moulin, M. Pomm, L. Lottermoser und N. Schell. Des Weiteren gilt mein Dank U. Garbe für das in mich gesetzte Vertrauen, W. M. Gan und M. Hofmann für die Hilfsbereitschaft bei diversen Messzeiten am STRESS-SPEC und M. Haese-Seiler für die moralische Unterstützung in schwierigen Momenten. Außerdem danke ich J. Walter für die Geduld und die vielen interessanten Diskurse in teilweise fachfremde Gebiete.



# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>EINFÜHRUNG.....</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>TEXTURANALYSE .....</b>	<b>5</b>
2.1	TEXTURKOMPONENTEN .....	6
2.2	POLFIGURMESSUNG MIT DIFFRAKTIONSMETHODEN .....	7
2.2.1	<i>Probenorientierungsänderungen während der Messung .....</i>	<i>10</i>
2.2.2	<i>Verwendung von Flächendetektoren für die Polfigurmessung.....</i>	<i>12</i>
2.2.3	<i>Unterschiede zwischen neutronen- und synchrotronbasierten Polfigurmessungen.....</i>	<i>13</i>
2.2.4	<i>Messraster.....</i>	<i>15</i>
<b>3</b>	<b>SPEZIELLE ANFORDERUNGEN AN DIE INSTRUMENTIERUNG BEI ORTSAUFGELOSTER TEXTURANALYSE.....</b>	<b>17</b>
3.1	DEFINITION DES BEUGUNGSVOLUMENS .....	17
3.2	BLENDENABSTAND ZUM ZENTRUM DES KERNVOLUMENS .....	19
3.3	MESSZEIT .....	21
3.4	ABSORPTIONSEINFLÜSSE.....	23
3.4.1	<i>Absorptionseinflüsse bei Neutronenstrahlung.....</i>	<i>24</i>
3.4.2	<i>Absorptionseinflüsse bei Synchrotronstrahlung.....</i>	<i>25</i>
3.4.3	<i>Vergleich von Neutronen- und Photonenstrahlung.....</i>	<i>28</i>
3.5	PROBENPOSITIONIERUNG .....	30
3.6	KORNGRÖßENLIMITIERUNG DURCH REDUZIERTES BEUGUNGSVOLUMEN .....	31
<b>4</b>	<b>AUSGANGSZUSTAND VON STRESS-SPEC.....</b>	<b>35</b>
4.1	STANDARDPROBE AUS STARK GEWALZTEM AL7020.....	35
4.2	STRESS-SPEC 2007 .....	38
4.2.1	<i>Erste Untersuchung der Al7020 Standardprobe an STRESS-SPEC .....</i>	<i>41</i>
4.2.2	<i>Polfigurfenster .....</i>	<i>45</i>
<b>5</b>	<b>WEITERENTWICKLUNGEN AN STRESS-SPEC .....</b>	<b>49</b>
5.1	SOFTWAREENTWICKLUNG IM BEREICH DATENANALYSE .....	49
5.1.1	<i>Die Entwicklung der Softwarewerkzeuge zur Datenanalyse.....</i>	<i>50</i>
5.1.2	<i>Funktionsumfang der Datenanalysesoftware.....</i>	<i>51</i>
5.1.3	<i>Online-Visualisierung "CarViewer" .....</i>	<i>65</i>
5.2	MESSZEITERSPARNIS UND VERBESSERTES KORNSTATISTIK DURCH KONTINUIERLICHEN POLFIGURMESSUNG .....	66

5.2.1	<i>Implementierung der kontinuierlichen Polfigurmessung an STRESS-SPEC</i>	69
5.2.2	<i>Vergleichsmessungen zwischen diskreter und kontinuierlicher Methode</i>	72
5.3	KORREKTUR VON ABSORPTIONSEINFLÜSSEN	77
5.3.1	<i>Referenzmessung der Al7020 Standardprobe an HARWI-II</i>	78
5.3.2	<i>Absorptionskorrekturmessung an HARWI-II</i>	84
5.3.3	<i>Übertragung des Absorptionskorrekturverfahrens auf Neutronendiffraktion an STRESS-SPEC</i>	93
5.4	ROBOTERGESTÜTZTES PROBENPOSITIONIEREN	94
5.4.1	<i>Entwicklung der Roboterschnittstelle</i>	96
5.4.2	<i>Integration des Roboters in die Instrumentsteuerungssoftware von STRESS-SPEC</i>	98
5.4.3	<i>Erste robotergestützte Untersuchung an STRESS-SPEC</i>	102
5.5	DEFINITION DES BEUGUNGSVOLUMEN MIT NEUTRONENLEITER UND RADIALKOLLIMATOR	110
5.5.1	<i>Vergleichsmessung mit Radialkollimator</i>	112
5.5.2	<i>Analyse des Texturgradienten der knochenförmigen Mg-ZE10 Probe</i>	115
5.6	EFFIZIENZSTEIGERUNG DURCH VERGRÖßERUNG DER DETEKTORFLÄCHE	117
5.7	EFFIZIENZSTEIGERUNG DURCH MESSUNG VON FLÄCHENGETREUEN RASTERPUNKTE MIT FLÄCHENDETEKTOREN	120
<b>6</b>	<b>ROBOTERGESTÜTZTE LOKALE TEXTURUNTERSUCHUNG AN STRESS-SPEC</b>	<b>123</b>
6.1	ROTATIONSREIBSCHWEIßVERBINDUNG AL7020 - 316L	123
6.2	LOKALE TEXTUR- UND EIGENSPIGNNUNGSUNTERSUCHUNGEN AN DER AL7020 - 316L FÜGEZONE	126
6.2.1	<i>Ausgangstexturen der verschweißten Teilkomponenten</i>	127
6.2.2	<i>Texturgradient nahe der Al7020 - 316L Fügezone</i>	130
6.2.3	<i>EigenspiGnungsuntersuchung innerhalb der Wärmeeinflusszone</i>	132
6.3	FAZIT DER ERSTEN ROBOTERGESTÜTZTEN LOKALEN UNTERSUCHUNG AN STRESS-SPEC	134
<b>7</b>	<b>SCHLUSSFOLGERUNGEN</b>	<b>135</b>
<b>8</b>	<b>AUSBLICK</b>	<b>141</b>



# 1 Einführung

Seit Beginn des 20. Jahrhunderts findet der Begriff „Textur“ in der Kristallographie Verwendung. Zuvor wurde bereits in den Geowissenschaften von „Textur“ gesprochen, um die Anordnung von Teilchen zu beschreiben. Eine klare Abgrenzung zwischen Gefüge und Textur existierte zu jener Zeit noch nicht. Erst Ende der dreißiger Jahre wurde durch Wassermann, welcher die Textur als „*die Gesamtheit der Orientierungen der Kristalle eines vielkristallinen Stückes*“ bezeichnete, eine klare, bis heute gültige Definition geschaffen (Wassermann, 1939).

Bis zur Entdeckung der Röntgenbeugung an Kristallgittern durch Max von Laue 1912 konnten die Orientierungen der Kristalle (Körner) nur optisch oder indirekt aus der Anisotropie der Materialeigenschaften bestimmt werden. Es wurden beispielsweise Ätzverhalten oder magnetische Eigenschaften untersucht, um Rückschlüsse auf Vorzugsorientierung zu ziehen. Mit optischen Methoden hingegen können direkt Kornorientierungen bestimmt werden. Dies Verfahren funktioniert jedoch nur bei Substanzen deren Kristallmorphologie anhand der betrachteten Körner eines Schliffes erkennbar ist. Eine direkte Bestimmung der Millerindizes (hkl), anhand betrachteter Gitterebenen, ist nicht möglich. Erst durch die Interpretation von Röntgenbeugungsbildern gelang 1912, die Indizierung von Einkristallstreubildern nach Laue, was die direkte Messung von Gitterebenenorientierungen eines Einkristalls ermöglichte. Dies führte 1913 zu ersten Röntgenuntersuchungen an polykristallinen Metallfolien durch Hupka und Keene, bei welchen aufgetretene Intensitätsmaxima noch im selben Jahr durch Knipping als Vorzugsorientierung gedeutet werden konnten. Die nach seinem Entdecker William Lawrence Bragg benannte Bragg-Gleichung,

$$2d_{hkl} \cdot \sin \theta = n\lambda \quad (1.1)$$

ermöglichte die Bestimmung des Abstandes zwischen den Gitterebenen, wodurch die Reflexe eines Beugungsbildes den Laueindizes der untersuchten Kristallite zugeordnet werden konnten. Die bestimmten Laueindizes können wiederum auf Millerindizes (hkl) zurückgeführt werden (Miller, 1839). Diese Tatsache begründet die Verwendung des im angelsächsischen Sprachraum gebräuchlichen

---

Begriffs „Bragg-Indizes“, an Stelle des früher gebräuchlichen Laue- bzw. Millerindizes. Röntgenbeugung markiert deshalb den Startpunkt der modernen Texturforschung an Werkstoffen. Durch die neu entwickelten Diffraktionsmethoden konnten netzebenenspezifische (hkl) Beugungsintensitäten gemessen und in Polfiguren eingezeichnet werden. Polfiguren stellen richtungsabhängig den Volumenanteil  $F(y)$  der Körner dar, deren Netzebenenvektoren  $h$  [uvw] (Richtungsindizes nach Miller) der Probenorientierung  $y$  entsprechen. Da die Orientierung eines Vektors durch zwei Winkel beschrieben ist, lässt sich durch eine Polfigur nicht die komplette Orientierungsverteilung der Körner beschreiben. Die Rotation um den Vektor selbst bleibt unbekannt. Gelöst werden konnte dieses Problem durch die Bestimmung der Orientierungsverteilungsfunktion (OVF) (Bunge, 1965; Roe, 1965). Erst die OVF ermöglichte die Berechnung von physikalischen Eigenschaften texturierter Materialien, deren Einzelkristalle stark anisotrope Eigenschaften aufweisen. Typische anisotrope Parameter von Einkristallen sind mechanische Eigenschaften (Festigkeit, Härte, Elastizität Plastizität), elektromagnetische Eigenschaften (Leitfähigkeit, Magnetisierbarkeit) sowie chemische Eigenschaften (Korrosionsverhalten) (Bunge, 1982). Die Anisotropie für geregelte Materialien ergibt sich aus dem Grad der Regelung und der Anisotropie der Einkristalleigenschaften. Diese Anisotropie kann Werte zwischen isotrop in unregelmäßige Materialien und der maximalen Anisotropie der Eigenschaften des Einkristalls annehmen. Durch spezielles Einstellen einer definierten Textur können Materialien für bestimmte Anwendungen optimiert werden. Beispielsweise seien hier Tiefzieheigenschaften von Blechen und magnetische Eigenschaften von Transformatorblechen genannt.

Eine weitere signifikante Neuerung ist die seit den 50er Jahren zur Verfügung stehende Neutronendiffraktion. Während mit Röntgendiffraktometern aufgrund des hohen Wechselwirkungsquerschnitts der verwendeten Photonenenergien nur oberflächennahe Untersuchungen durchgeführt werden können, bieten Neutronendiffraktometer die Möglichkeit Proben bis zu mehreren cm Durchmesser komplett zu durchstrahlen. Dadurch wird die Erfassung eines bis zu mehreren Kubikzentimetern großen Probenvolumens umsetzbar. Dies ermöglicht einerseits die Mittelung über Texturgradienten und andererseits können grobkörnige Substanzen wie zum Beispiel geowissenschaftliches Probenmaterial untersucht werden. In

entgegengesetzte Richtung ging die Entwicklung in den 90er Jahren mit "Electron backscatter diffraction" (EBSD). Die besagte Methode ermöglicht oberflächen-nahe Untersuchungen, sie ist jedoch aufgrund der sehr geringen Eindringtiefe von 10 - 100 nm in Bezug auf die Probenpräparation sehr aufwendig.

In den letzten Jahren rückte die Untersuchung von Verarbeitungsprozessen und permanenten Fügeverbindungen in den Fokus der Wissenschaft. Bei Texturuntersuchungen, beispielsweise von Schweißverbindungen, treten jedoch Inhomogenitäten wie Korngrößenvariationen, Phasenvariationen und Texturgradienten auf. Die Beschreibung solcher lokalen Variationen ist folglich bei der Berechnung von Materialeigenschaften in Fügeverbindungen bedeutsam. Texturgradienten können grundsätzlich zerstörungsbehaftet oder zerstörungsfrei untersucht werden. Das Herauspräparieren von Proben aus einem zu untersuchenden Werkstück hat den Vorteil, dass die Proben mit den etablierten Diffraktionsmethoden ohne weitere Korrekturen untersucht werden können. Aufgrund der Zerstörung des eigentlichen Werkstückes ergeben sich jedoch andere Probleme. Weitere Bearbeitungsschritte, wie beispielsweise eine Wärmebehandlung des Werkstückes, sind unmöglich. Des Weiteren ist bei sehr komplexen und kostspieligen Bauteilen eine Zerstörung unerwünscht. Aus diesen Gründen wurden Anfang des 21. Jahrhunderts erste lokale, zerstörungsfreie Testmessungen an Neutronendiffraktometern durchgeführt (Brokmeier, 2002).

Im Rahmen dieser Arbeit wird eine Methode zur zerstörungsfreien Untersuchung beschriebener Texturgradienten entwickelt. Die schriftliche Ausarbeitung unterteilt sich in die folgenden Abschnitte. Nach einer kurzen Einführung in die Texturanalyse und Polfigurmessung durch Diffraktionsmethoden im allgemeinen, werden die speziellen Anforderungen an die Instrumentierung bei der Messung von orts aufgelösten Polfiguren dargestellt. Hierbei werden im Besonderen die Vor- und Nachteile von Neutronen- und Synchrotrondiffraktion diskutiert, wobei die Weißstrahluntersuchungsmethoden weitestgehend außer Acht gelassen werden. Anschließend wird kurz der Ausgangszustand des materialwissenschaftlichen Neutronendiffraktometers STRESS-SPEC am FRM II (Forschungs-Neutronenquelle Heinz Maier-Leibnitz) dokumentiert (Brokmeier et al., 2011; Hofmann et al., 2006), da die einzelnen

Entwicklungsschritte, welche lokale Polfigurmessungen ermöglichen anhand von Testmessungen an diesem Diffraktometer validiert werden. Die Ergebnisse dieser Testuntersuchungen werden mit Daten von Referenzmessungen verglichen und diskutiert. Ein weiterer zentraler Aspekt dieser Arbeit ist die Entwicklung von Methoden zur Korrektur, der durch das zu untersuchende Werkstück hervorgerufenen überlagerten Einflüsse.

Im Anschluss, einer Dokumentation des gesamten Entwicklungsprozesses, erfolgt die Demonstration einer lokalen Texturuntersuchung an STRESS-SPEC. Danach werden die einzelnen Aspekte der gesamten Weiterentwicklung im Zusammenhang diskutiert. Die Arbeit schließt mit einem kurzen Ausblick, über die weiteren Nutzungsmöglichkeiten der neu implementierten Komponenten.

## 2 Texturanalyse

Die Orientierungsverteilung einzelner Kristallite (Körner) eines polykristallinen Materials, welche auch als Textur bezeichnet wird, ist durch die Orientierungsverteilungsfunktion (OVF) beschrieben. Mathematisch ist die OVF definiert als Volumenanteil  $dV_g$  einer Orientierung  $dg$  hinsichtlich des Gesamtvolumens  $V$  (Bunge, 1969). Dabei sind die diskreten Orientierungen  $dV_g$  der OVF bezüglich des Probenkoordinatensystems definiert.

$$f(g)dg = \frac{1}{V}dV_g \quad (2.1)$$

Zugang zur OVF bietet die Bestimmung von Kristallorientierungen innerhalb eines definierten Volumens. Mittels Diffraktionsmethoden lassen sich orientierungsabhängige Volumenanteile indirekt durch den Vergleich von Streuintensitäten bestimmen. Die für eine diskrete Orientierung gestreute Intensität korreliert positiv mit der Anzahl der an der Streuung beteiligten Netzebenen und aufgrund dessen mit dem Volumenanteil. Da der Normalenvektor einer Netzebene einen Orientierungsfreiheitsgrad hat, können mit Diffraktionsmethoden nur Polfiguren direkt gemessen werden. Polfiguren beschreiben die Orientierungsverteilung von Flächennormalen  $h$  niedrig indizierter  $\{hkl\}$  Netzebenen bezüglich der Probenorientierung ( $y$ ). Wobei hierbei zu berücksichtigen ist, dass laut Wassermann Polfiguren die Summe aller symmetrieäquivalenten Ebenen (kristallographisch gleichwertige Ebenen) darstellen, weshalb ihre Angabe in geschweiften Klammern  $\{hkl\}$  zu erfolgen hat (Wassermann & Grewen, 1962). Die Orientierungen einer Polfigur werden mit Polarkoordinaten ( $\alpha$  und  $\beta$ ) angegeben.

$$d\omega = \sin(\alpha)d\alpha d\beta$$

$$P_h(y)d\omega = \frac{1}{V}dV_{h\parallel y} \text{ with } h \perp (hkl), y = \{\alpha\beta\} \quad (2.2)$$

Die Rotation um  $h\parallel y$  kann bei Polfiguren nicht berücksichtigt werden, da der Freiheitsgrad bei ihrer Beschreibung offen bleibt. Für bekannte Einheitszellen

lässt sich, durch den Prozess der OVF-Entwicklung, diese letzte unbekannte Orientierung aus einer Vielzahl gemessener Polfiguren  $\{hkl\}$  bestimmen. Der mathematische Zusammenhang ist in Gleichung ( 2.3 ) dargestellt. Die auf Fourierreihenentwicklung basierende harmonische Methode von Bunge (Bunge, 1969) ist eine sehr etablierte Möglichkeit um die OVF zu bestimmen. Weitere Verfahren sind die in den 80ziger Jahren entwickelte diskrete WIMV Methode (Matthies et al., 1988; Matthies & Vinel, 1982), die 1995 entwickelte Komponentenmethode, welche die OVF durch überlagerte Normalverteilungen von Ideallagen approximiert (Helming, 1995) und die 2008 von Hielscher & Schaeben entwickelte Optimierungsmethode (Hielscher & Schaeben, 2008). Bei Letzterer wird die OFV, nach der Methode der kleinsten quadratischen Abweichung, aus einer isotropen Kornverteilung angenähert.

$$P_{(hkl)}(\alpha\beta) = \frac{1}{2\pi} \int_{h||y} f(g) d\psi \quad (2.3)$$

### 2.1 Texturkomponenten

Die Textur (OVF) lässt sich alternativ durch Ideallagen (Texturkomponenten) beschreiben (Wassermann, 1939). *"Man versteht darunter Einkristallorientierungen, die als repräsentativ für die Textur angesehen werden."* *"Alle von diesen idealen Orientierungen abweichenden Kristalllagen werden dann als Streuung angesehen und vernachlässigt."* (Wassermann & Grewen, 1962). In Abhängigkeit des Texturtyps wird dabei die Lage einer Ebenenschar  $\{hkl\}$  bezüglich einer definierten Probenorientierung angegeben. Fasertexturen beispielsweise werden durch die Lage der Normalenvektoren einer symmetrieäquivalenten Netzebenenegruppe  $\{hkl\}$  bezüglich der Extrusionsrichtung beschrieben (Bunge, 1968). Bei Walztexturen hingegen genügt die Lage einer Netzebenenschar  $(hkl)$ , hinsichtlich der Walzebene nicht, deshalb muss eine weitere kristallographische Orientierung  $[uvw]$  bezüglich der Walzrichtung angegeben werden (Grewen & Wassermann, 1955). Da diese Richtung  $[uvw]$  in der Fläche  $(hkl)$  liegt, gilt

$$hu + kv + lw = 0. \quad (2.4)$$

Zu beachten ist hierbei die Notation, da aufgrund der Formel ( 2.4 ) eine ideale Lage *"für eine bestimmte Fläche (hkl) und eine bestimmte Richtung [uvw] einer Einkristallorientierung angeben"* werden muss (Wassermann & Grewen, 1962), ist es *"unangebracht, eine bestimmte Fläche oder eine bestimmte Richtung in geschweifte oder spitze Klammern zu setzen: {123}<41-2>"* (Wassermann & Grewen, 1962). Des Weiteren ist zu beachten, dass die definierte Probenrichtung bzw. Probenebene bei der Angabe von Texturkomponenten zwar meistens die Verformungsrichtung bzw. Walzfläche ist, dies aber nicht notwendigerweise der Fall sein muss.

Die Beschreibung der Textur durch Texturkomponenten stellt eine starke Reduktion der gesamten Orientierungsverteilungsinformation (OVF) dar. Lediglich Modelle bei denen sehr viele Texturkomponenten überlagert werden sind in der Lage die reale Textur hinreichend gut zu beschreiben. Eine Bestimmung der Haupttexturkomponenten kann hingegen sehr sinnvoll sein, da zum Beispiel bestimmte Texturkomponenten speziellen Deformationsprozessen zugeordnet werden können. Die Bestimmung kann sowohl aus der OVF, als auch direkt aus den Polfiguren erfolgen (Grewen & Wassermann, 1955). Bei der Bestimmung der Texturkomponenten aus Polfiguren ist zu beachten, dass sich mehrere Komponenten an einer Polfigurposition überlagern können. Aufgrund dessen ist eine Bestimmung des Volumenanteils einer einzelnen Komponente aus einer Polfigur nicht ohne weitere Informationen möglich. Des Weiteren können aus experimentellen Messdaten nicht immer korrekt normierte Regelungsverteilungen von Polfiguren bestimmt werden. Dieses Problem wird im folgenden Abschnitt näher betrachtet.

## **2.2 Polfigurmessung mit Diffraktionsmethoden**

Verschiedene Strahlungsarten können für Diffraktionsexperimente genutzt werden. Die Polfigurmessung mittels Laborröntgenstrahlung ist auf Grund der hohen Verfügbarkeit der Grundpfeiler der modernen Texturanalyse. Diese Methode ist im industriellen sowie im universitären Bereich sehr etabliert. Weitere Informationen über Texturanalyse mittels Laborröntgendiffraktion sind

(Bunge, 1986) zu entnehmen. Innerhalb der letzten zwei Dekaden hat sich für oberflächennahe Untersuchungen die Messung mittels Elektronenstrahlung (EBSD) entwickelt (Schwarzer, 1990). Diese Methode ist inzwischen auch im universitären Bereich weitverbreitet. Die Polfigurmessung mittels hoch-energetischer Röntgenstrahlung oder Neutronenstrahlung ist Stand der Technik, stellt aber aufgrund des beschränkten Zugangs zu Strahlungsquellen im industriellen sowie universitären Bereich eine Besonderheit dar (Brokmeier & Yi, 2008). Im Wesentlichen unterscheiden sich diese Strahlungsarten in ihrer Wechselwirkungswahrscheinlichkeit, welche sich wiederum auf die Eindringtiefe in das zu untersuchende Material auswirkt (Reimers et al., 2008). Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden Experimente mit Neutronenstrahlung sowie mit hochenergetischer Röntgenstrahlung durchgeführt. Letztere wird auch als Synchrotronstrahlung bezeichnet. Diese beiden Strahlungsarten sind wegen ihrer hohen Eindringtiefe für lokale Texturuntersuchungen im Materialinneren besonders geeignet. Im Folgenden wird die Methode der Polfigurmessung für die beiden oben genannten Strahlungsarten erläutert.

### **Bedingungen für die Bestimmung der Poldichteverteilungsfunktion**

Damit die Poldichteverteilungsfunktion mittels Diffraktionsmethoden bestimmt werden kann ist es notwendig die integralen Intensitäten, der durch eine Netzebenenschar  $\{hkl\}$  konstruktiv gestreuten Strahlung, in Relation zur Probenorientierung zu messen. Um die Poldichteverteilungsfunktion ohne Korrekturen genau beschreiben zu können müssen folgende Bedingungen erfüllt sein:

- Um den Mittelwert der gestreuten Intensität zu ermitteln, welcher zur Normierung der Messpunkte notwendig ist, müssen alle Orientierungen gemessen werden. Da eine Netzebene zwei Seiten hat genügt die Messung einer Lagenhalbkugel. Ausschließlich normierte Intensitäten entsprechen der Darstellung von Vielfachen einer regellosen Verteilung (MRD **m**ultiple **r**andom of **d**istribution), wobei Eins als regellos gilt.
- Wie in Gleichung ( 2.1 ) beschrieben, muss das Messvolumen  $V$  für alle Orientierungen identisch sein. Bei Proben ohne Texturgradienten genügt es, wenn die Größe der einzelnen Volumina über alle Orientierungen konstant bleibt.



- Die Intensität des Strahls und der gestreuten Strahlung darf nicht durch Fremdfaktoren beeinflusst werden. Potentielle Einflussfaktoren sind z.B. Fluktuationen des Primärstrahls oder Einflüsse durch Absorptionseffekte innerhalb der Probe sowie der Probenumgebung.

Nähere Informationen über die experimentelle Durchführung von Polfigurmessungen mittels Diffraktionsmethoden sind dem Abschnitt 2.2.1 sowie Kapitel "Verfahren zur Texturbestimmung" in (Wassermann & Grewen, 1962) oder Kapitel "Macrotexture Analysis" in (Randle, 2000) zu entnehmen.

Grundsätzlich lässt sich die Poldichtevertiefungsfunktion sowohl mit monochromatisch arbeitenden Diffraktionsinstrumenten (winkeldispersiv), als auch mit Weißstrahldiffraktometern (energiedispersiv) bestimmen (Hans-Rudolf Wenk et al., 1988). Die energiedispersiven Diffraktometer, wie das Flugzeitdiffraktometer HIPPO am Los Alamos NATIONAL LABORATORY (H.-R. Wenk et al., 2003) oder das VULCAN an der Spallation Neutron Source (SNS) (An et al., 2010; Wang et al., 2006), bieten einige Vorteile. Beispielsweise kann durch die Verwendung von zeitaufgelösten Flächendetektoren ein größerer  $\beta$  Bereich der Polfigur unter einer diskreten Probenposition erfasst werden. Gleichzeitig ergeben sich allerdings neue Probleme die gerade bei lokalen Texturuntersuchungen zum Tragen kommen. In diesem Zusammenhang seien die wellenlängenabhängigen Absorptionseffekte der Probe und die ebenfalls wellenlängenabhängige Polfigurfenstergröße genannt. Letztere wirkt sich auch bei globalen Texturuntersuchungen aus und führt zu Problemen bei der Vergleichbarkeit gemessener Intensitäten. Zurückzuführen ist dies auf die wellenlängenabhängige Instrumentauflösung und die dadurch für jede Wellenlänge unterschiedliche Größe des erfassten Orientierungsraums.

Diese Arbeit beschäftigt sich daher ausschließlich mit winkeldispersiver Diffraktometrie.

### 2.2.1 Probenorientierungsänderungen während der Messung

Bei monochromatisch arbeitenden Diffraktometern kann bei einer diskreten Probenorientierung, je nach  $2\theta$  Winkel der zu untersuchenden  $\{hkl\}$  Netzebenen-schar und je nach Detektorfläche, ein unterschiedlich großer Bereich der Polfigur abgedeckt werden. Die Abbildung 2.1 zeigt den Zusammenhang zwischen einem komplett erfassten Debye-Scherrer Kegel und dem entsprechenden Reflexionskreis in der Lagenkugel.

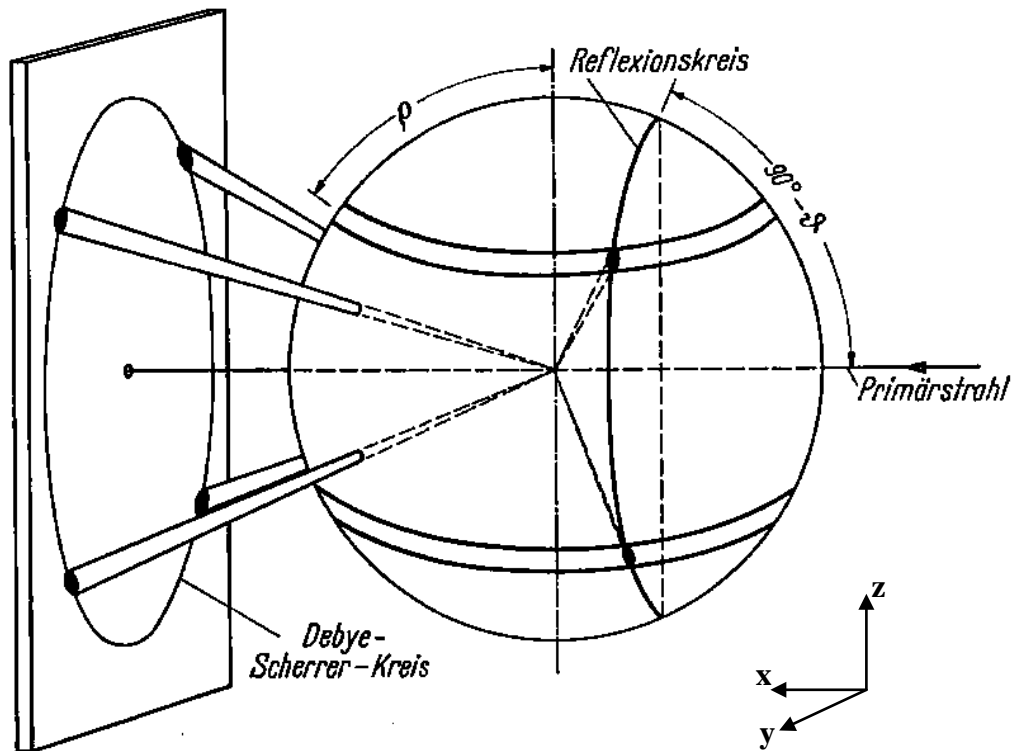


Abbildung 2.1: Zusammenhang zwischen Debye-Scherrer Kreis und Reflexionskreis in der Lagenkugel (Wassermann & Grewen, 1962).

Es ist zu erkennen, dass bei kompletter Detektion eines Debye-Scherrer Kegels mit größer werdendem  $2\theta$  Winkel der erfasste Bereich der Lagenkugel kleiner wird (siehe Abbildung 2.2). Des Weiteren wird an monochromatisch arbeitenden Neutronendiffraktometern wie z.B. STRESS-SPEC, auf Grund der limitierten Detektorfläche und der Instrumentauflösung nicht der gesamte Debye-Scherrer Kegel erfasst. Aus diesen Gründen muss die Probe nicht nur gedreht, sondern auch gekippt werden, um die vollständige Lagenkugel zu detektieren. Nach aktuellem Stand der Technik werden Eulerwiegen verwendet, um die beschriebene Probenorientierung am Instrument zu realisieren.

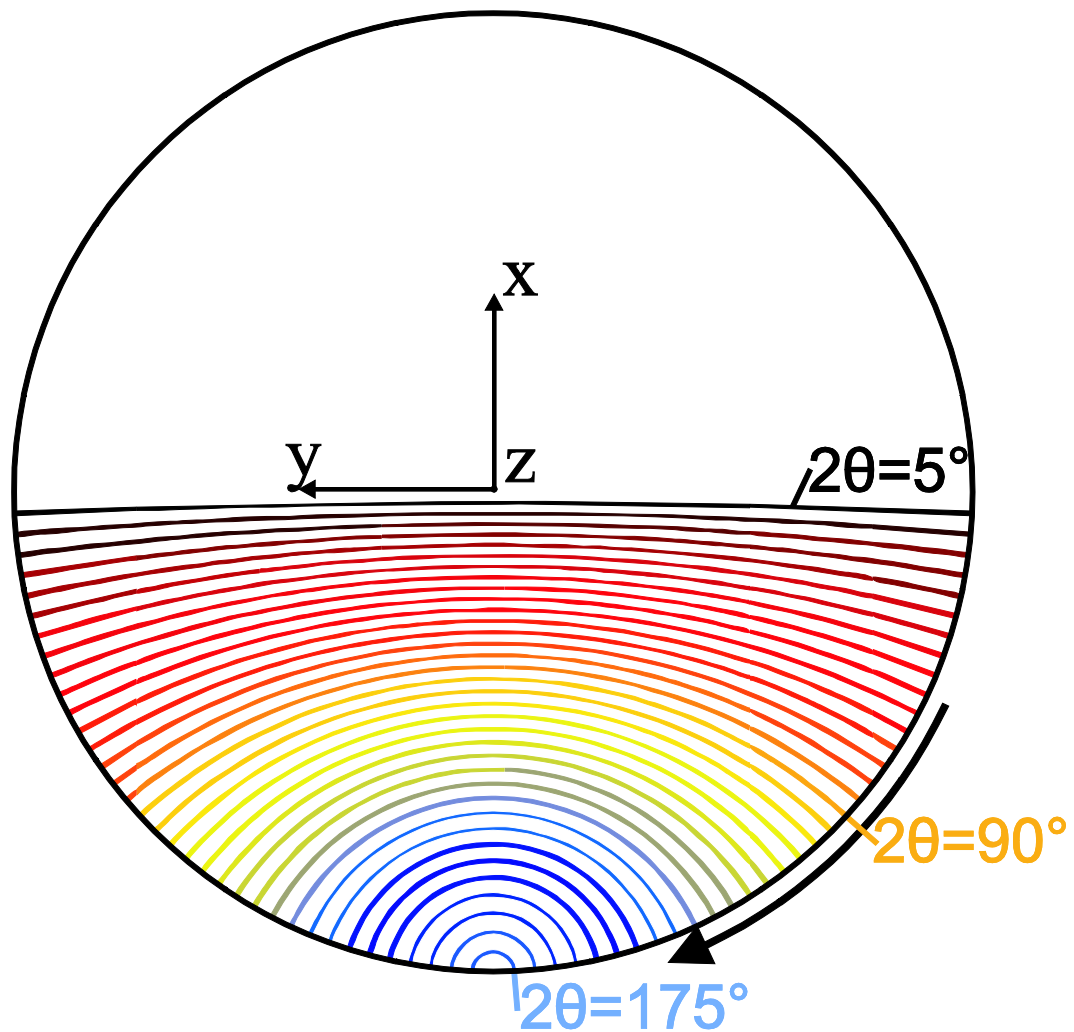


Abbildung 2.2: Zeigt die Reflexionskreise der Lagenkugel nach der stereografischen Projektion in die Polfigur. Dargestellt sind komplett detektierte Reflexionskreise für eine diskrete Probenorientierung in Abhängigkeit ihres  $2\theta$  Winkels.

In der gesamten Arbeit werden die Probenorientierungen daher in Eulerwinkeln mit der Konvention (Z, Y', Z'') angegeben. Die einzelnen Winkel sind wie folgt bezeichnet (siehe Abbildung 2.3):

- Rotation um Z  $\Rightarrow \omega$
- Rotation um Y'  $\Rightarrow \chi$
- Rotation um Z''  $\Rightarrow \varphi$

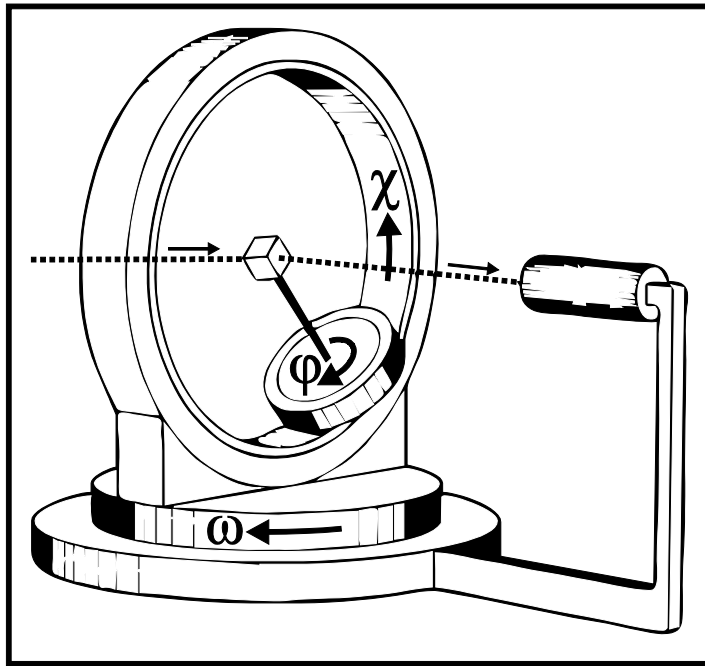


Abbildung 2.3: Eulerwiege eines Texturgoniometers (Will et al., 1989)

### 2.2.2 Verwendung von Flächendetektoren für die Polfigurmessung

Stand der Technik ist es bei Neutronendiffraktometern Flächendetektoren einzusetzen. Diese Flächendetektoren haben zwar eine geringere Nachweiswahrscheinlichkeit (ca. 60% bei  $1,5\text{\AA}$ ) als Einzelzähler (über 90% bei  $1,5\text{\AA}$ ), erreichen aber aufgrund des bedeutend größeren erfassten Winkelbereiches eine höhere Effizienz (Marmotti et al., 2002). Als Flächendetektoren werden sowohl Ebene als auch gekrümmte Detektoren bezeichnet. Beispielsweise sie hier der aus linearen Einzelzählern aufgebaute gekrümmte Detektor des Pulverdiffraktometers SPODI am FRM II (Gilles et al., 2002) genannt. Auch bei Synchrotrondiffraktometern werden aus selbigen Gründen zunehmend Flächendetektoren eingesetzt. Die Abbildung 2.4 zeigt ein winkelaufgelöstes 2D Synchrotrondiffraktionsbild eines MAR345 Flächendetektors, aufgenommen am HARWI-II des DESY (Deutsches Elektronen-Synchrotron) (Beckmann et al., 2007). Eingezeichnet ist der Öffnungswinkel des Debye-Scherrer Kegels, welcher auch als Diffraktionswinkel  $\theta$  ( $2\theta$ , siehe Gleichung ( 1.1 ) ) bezeichnet wird, sowie der Rotationswinkel der Kegelgrundfläche ( $\gamma$  Winkel).

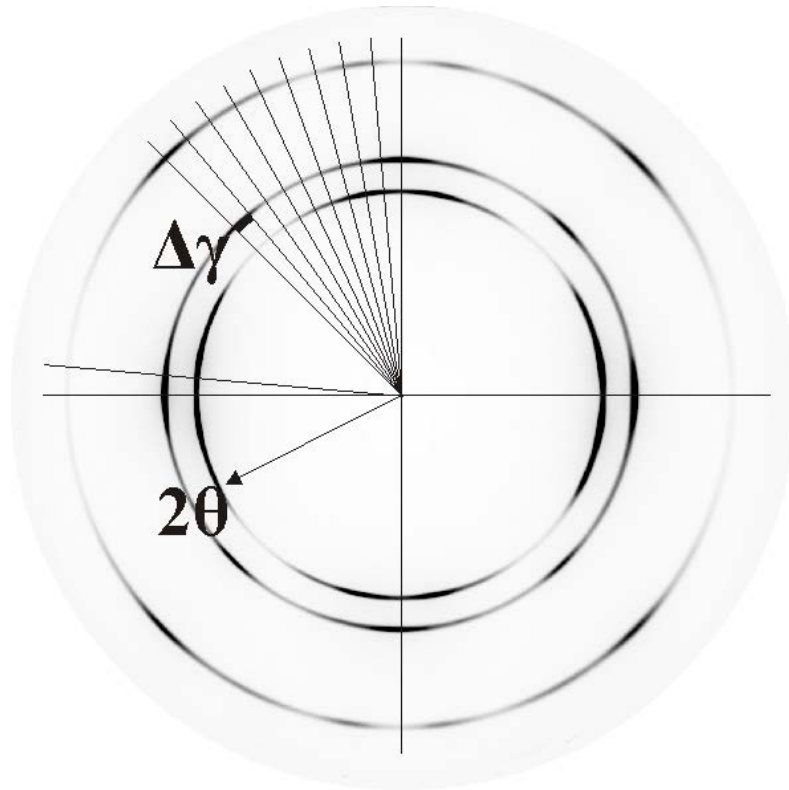


Abbildung 2.4: 2D Detektorbild mit Winkelbeschriftung einer gewalzten Al7020 Probe aufgenommen am Synchrotrondiffraktometer HARWI-II (Randau et al., 2011).

### 2.2.3 Unterschiede zwischen neutronen- und synchrotron-basierten Polfigurmessungen

Die gravierendsten Unterschiede zwischen Synchrotron- und Neutronenstrahlung liegen einerseits in der Eindringtiefe ins Material (nähere Erläuterungen finden sich unter Abschnitt 3.4) und andererseits in der verwendeten Wellenlänge. Bei Neutronen entspricht die verwendete Wellenlänge mit  $1,2\text{\AA}$  -  $2,4\text{\AA}$  der gleichen Größenordnung wie der Abstand zwischen den zu messenden Netzebenen. Für niedrig indizierte (hkl) Reflexe ergeben sich dadurch hohe Diffraktionswinkel ( $\theta$ ) von ca.  $20^\circ$  -  $60^\circ$ . Synchrotronquellen arbeiten, um die Eindringtiefe zu erhöhen, mit Photonenenergien die  $50\text{keV}$  überschreiten. Photonen mit diesen Energien haben Wellenlängen unter  $0,25\text{\AA}$  (siehe Gleichung ( 2.5 )), aufgrund dessen ergeben sich Diffraktionswinkel kleiner  $5^\circ$ . In Näherung kann hier die Wellenlänge ohne Berücksichtigung des Mediums in dem sie sich ausbreitet

berechnet werden. Die Lichtgeschwindigkeit für das entsprechende Medium  $c_{\text{med}}$  muss dadurch nicht weiter berücksichtigt werden.

$$\lambda \approx \frac{hc}{E} \quad (2.5)$$

In Abbildung 2.5 ist der Unterschied zwischen den verschiedenen Wellenlängen an Neutronen- und Synchrotrondiffraktometern, welcher sich auf den Diffraktionswinkel  $\theta$  auswirkt, exemplarisch dargestellt. Zudem zeigt die Abbildung 2.5 wie bei synchrotronbasierten Experimenten komplette Debye-Scherrer Kegel, mit einem in Transmission stehenden Flächendetektor, aufgenommen werden können. Neutronenbasierte Instrumente sind diesbezüglich limitiert. Aufgrund des hohen  $\theta$  Winkels kann ein Flächendetektor nur einen limitierten Bereich des Debye-Scherrer Kegels abdecken. Bei monochromatisch arbeitenden Instrumenten ist es nicht möglich eine Detektortrommel um die Probe herum anzuordnen, da die Instrumentauflösung aufgrund endlicher Divergenz und Wellenlängenselektion nur durch eine Z Konfiguration des Instruments optimal ist (Cussen, 2000). Mit zunehmenden  $\gamma$  Winkeln würde sich die Halbwertsbreite der (hkl) Reflexe stark erhöhen. Um mit Neutronen dennoch komplette Polfiguren messen zu können ist es notwendig die Probe zu kippen. Auf diese Weise wird sukzessiv der komplette Längengrad der Polfigur ( $\alpha$ ) abgedeckt. Da bei synchrotronbasierten Diffraktometern nahezu ein gesamter Längengrad bei einer Probenposition abgedeckt wird entfällt dieses Kippen. Die Probenorientierung für  $\gamma$  Winkel ungleich  $0^\circ$  entspricht nicht der Beugungsbedingung  $\omega$  gleich  $\theta$ . Dies hat zur Folge, dass ein kleiner Bereich des Längengrades nahe dem Pol der Polfigur bei Synchrotrondiffraktometern nicht erfasst wird.

Ein weiterer entscheidender Unterschied zwischen den beiden Strahlungsarten ist der maximale Strahldurchmesser. Bei Neutronendiffraktometern wie z.B. STRESS-SPEC kann der Neutronenstrahl bis zu 25mm Durchmesser erreichen. Synchrotroninstrumente wie BW5 oder HARWI-II am DESY erlauben hingegen lediglich einen quadratischen Primärstrahl mit Kantenlängen bis zu 3mm. Dadurch können mit Neutronendiffraktometern deutlich mehr Körner innerhalb des Messvolumens erfasst werden. Der damit verbundene Einfluss auf die Kornstatistik ist in Kapitel 3.6 erläutert.

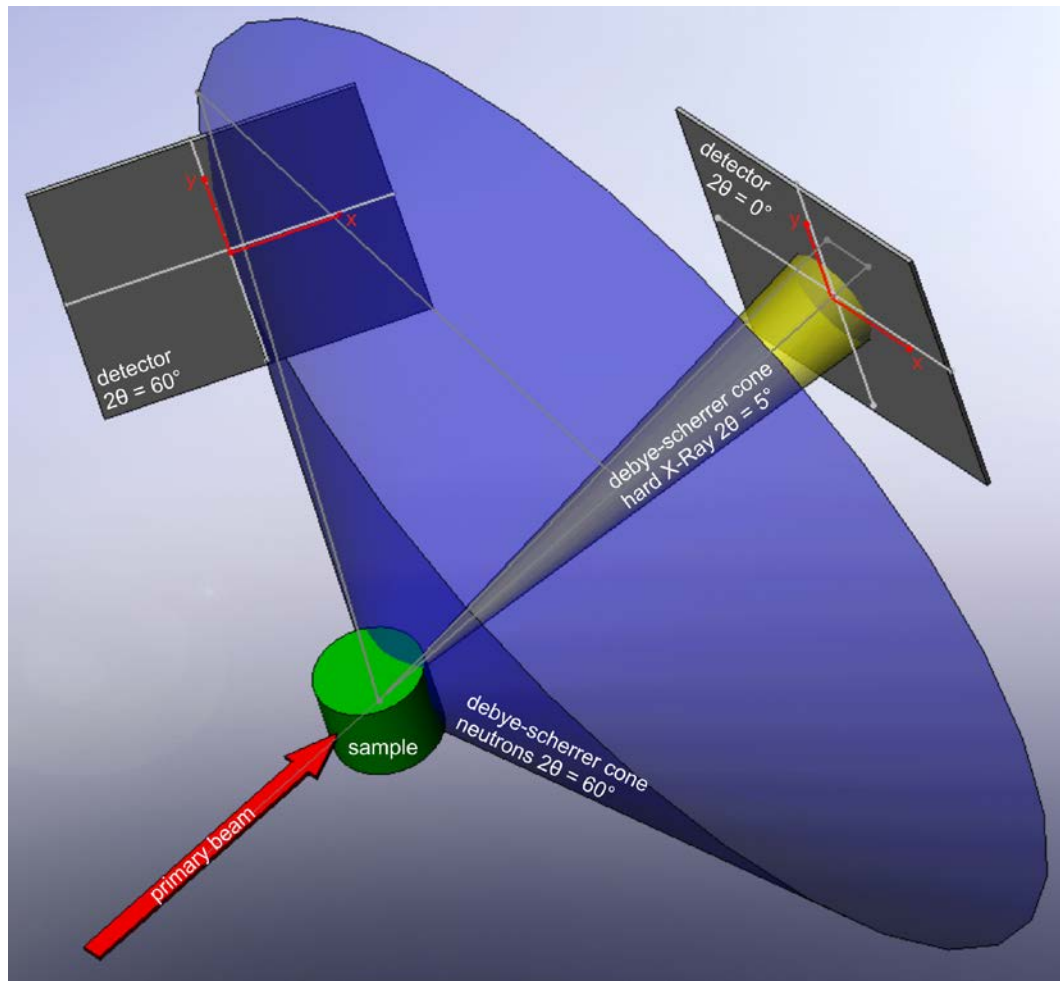


Abbildung 2.5: Zeigt unterschiedliche Streuwinkel  $2\theta$  für Synchrotron- und Neutronendiffraktometer und die damit verbundenen Detektorpositionen (Randau et al., 2011).

## 2.2.4 Messraster

Die Poldichtevertellung einer Gruppe von Netzebenenscharen  $\{hkl\}$  ist physikalisch und mathematisch als kontinuierliche Funktion definiert. Gemessen werden jedoch nur Stützstellen, sogenannte Polfigurpunkte, die klassischer Weise auf einem äquidistanten Raster liegen. Man unterscheidet, wie in Abbildung 2.6 dargestellt, zwischen einem winkel- und einem flächengetreuen Raster. Um eine Polhalbkugel komplett zu beschreiben werden, bei Verwendung eines winkelgetreuen Rasters mit einer Schrittweite von  $5^\circ \times 5^\circ$ , 1368 Punkte benötigt (Bunge, 1986). Aufgrund des Polfigurfensters, dessen  $\Delta\beta$  sich mit abnehmendem  $\alpha$  nach Gleichung ( 4.2 ) vergrößert, können beim flächengetreuen Raster 689 Messpunkte eingespart werden. Bei der Verwendung von Flächendetektoren ist

die Messung mehrerer Polfigurpunkte in einem Detektorbild möglich, was bei Verwendung des flächengetreuen Rasters die Effizienzsteigerung gegenüber dem winkelgetreuen Raster mindert. Möglichkeiten die Vorteile des flächengetreuen Rasters in Kombination mit Flächendetektoren sinnvoll zu nutzen, sind in Kapitel 5.7 beschrieben.

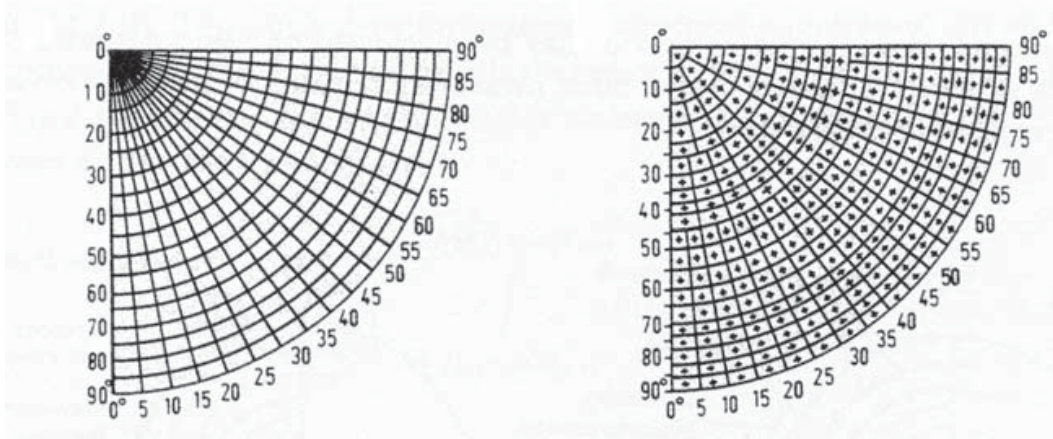


Abbildung 2.6: Polfigurraster (links winkelgetreu, rechts flächengetreu) (Bunge, 1986)



### **3 Spezielle Anforderungen an die Instrumentierung bei orts aufgelöster Texturanalyse**

Die Messung eines lokal begrenzten Volumens innerhalb einer größeren Probe (orts aufgelöste Polfigurmessung) stellt erhebliche Ansprüche an die Instrumentierung. Einerseits muss das zu messende Probenvolumen (Beugungsvolumen) definiert werden, andererseits sind Einflüsse der Probe auf das gestreute Interferenzmuster zu korrigieren. Die Notwendigkeit das Beugungsvolumen zu verringern um Texturgradienten auflösen zu können, erhöht drastisch die benötigte Messzeit. Des Weiteren kann die Verringerung des Beugungsvolumens zu Problemen mit der Kornstatistik führen. Außerdem schränkt die Limitierung eines konventionellen Probenpositioniersystems die maximale Größe der zu untersuchenden Proben erheblich ein. Auf den folgenden Seiten werden sowohl Probleme bei der Bestimmung orts aufgelöster Texturen dargestellt, als auch mögliche Lösungsansätze aufgezeigt.

#### **3.1 Definition des Beugungsvolumens**

Für die Untersuchung von Texturgradienten sind die zu messenden Probenvolumina entsprechend dem erwarteten Gradienten zu wählen. Neben der Größe ist auch die Form des Beugungsvolumens von Bedeutung, da die Proben bei monochromatisch arbeitenden Diffraktionsinstrumenten während der Polfigurmessungen umorientiert werden müssen. Daraus resultieren Rotationen des definierten Beugungsvolumens innerhalb der Proben während einer Polfigurmessung. Aus diesem Grund wäre ein kugelförmiges Beugungsvolumen für lokale Texturuntersuchungen optimal. Da sich das Beugungsvolumen aus der Schnittmenge des Primär- (vom Monochromator zu Probe) und Sekundärstrahls (von der Probe zum Detektor) ergibt, lässt sich dies nicht realisieren. Das der Kugelform am Nächsten kommende Beugungsvolumen ergibt sich aus der Schnittmenge zweier sich schneidender Zylinder. Um eine gleichmäßige Belichtung des Detektors zu gewährleisten muss sekundärseitig eine einfache Schlitzblende verwendet werden. Auf Grund dessen ergibt sich als optimales

Beugungsvolumen ein Zylinder dessen Durchmesser seiner Höhe entspricht. Realisierbar ist dies nur unter der Bedingung, dass sich Primär- und Sekundärstrahl unter einem Winkel ( $2\theta$ ) von  $90^\circ$  schneiden.

### Neutronendiffraktion:

An STRESS-SPEC lässt sich die Wellenlänge so flexibel einstellen ( $\lambda=1\text{\AA}-2,8\text{\AA}$ ), dass prinzipiell niedrig indizierte Netzebene (hkl) von materialwissenschaftlich interessanten Substanzen im d-Bereich von  $d_{\min}=0,7\text{\AA}$  bis  $d_{\max}=2\text{\AA}$  unter einem Beugungswinkel von  $2\theta=90^\circ$  untersucht werden können. Konsequentermaßen umgesetzt wird dies aktuell ausschließlich bei Eigenspannungsuntersuchungen, da dort die 3 Hauptorientierungen volumengetreu gemessen werden müssen. In diesem Fall genügt jedoch ein kubisches Beugungsvolumen. Bei Texturuntersuchungen ist es aus Neutronenfluss- und Auflösungsgründen nicht immer sinnvoll die  $2\theta = 90^\circ$  Bedingung einzuhalten. Es ist ein Kompromiss zu wählen, bei dem der konstant bleibende Beugungsvolumenanteil über die Probenorientierungen möglichst groß ist. Dieser Volumenanteil, auch als Kernvolumen bezeichnete, entspricht dem Volumen einer virtuellen Kugel mit dem Durchmesser des Primärstrahls. Das maximale Beugungsvolumen ist definiert durch die Summe aller innerhalb einer Probe liegenden, partiell erfassten Volumina einer Polfigurmessung. Es ergibt sich bei STRESS-SPEC aus dem Volumen einer virtuellen Kugel mit dem Durchmesser der längsten Distanz der durch die beiden Blenden definierten partiellen Schnittmenge. Beschriebene Schnittmenge wird in dieser Arbeit auch als partielles Beugungsvolumen bezeichnet. In Abbildung 3.1 wird der Einfluss des Beugungswinkels  $2\theta$  bezüglich des Kernvolumens, des partiellen Volumens und des maximalen Volumens für STRESS-SPEC dargestellt. Entscheidend ist der Anteil des Kernvolumens vom partiellen Beugungsvolumen. In Abbildung 3.1 ist der über die Rotation der Probe variierende Volumenanteil des partiellen Volumens gelb hervorgehoben.

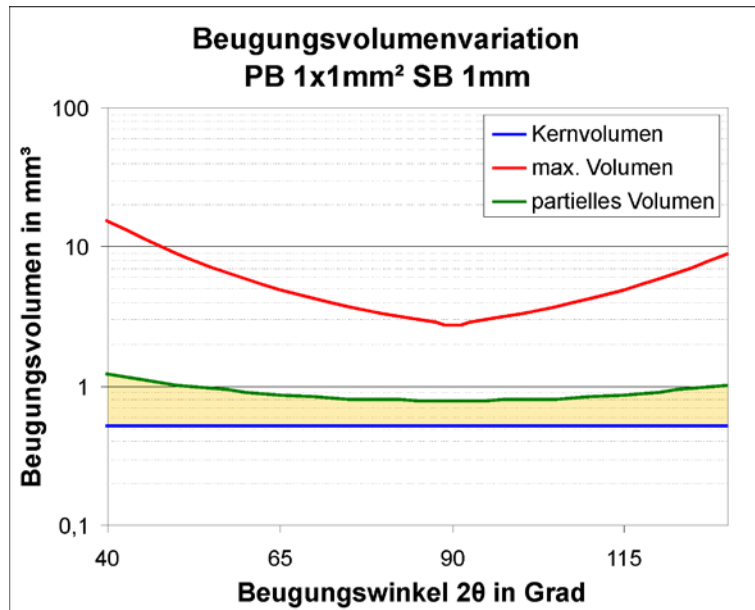


Abbildung 3.1: Stellt die Beugungsvolumenanteile in Abhängigkeit zum Beugungswinkel  $2\theta$  dar. Die Werte wurden für eine runde Primärblende mit  $d=1\text{mm}$  und eine sekundäre Schlitzblende mit  $x=1\text{mm}$  ermittelt.

### Synchrotrondiffraktion:

Aufgrund der im Synchrotronbereich verwendeten hohen Energien, ergeben sich wie im Abschnitt 2.2.3 beschrieben, für die materialwissenschaftlich Interessanten Materialien Beugungswinkel ( $2\theta$ ) nahe Null Grad. Dies macht eine Definition eines Beugungsvolumens mit hohem Kernvolumenanteil unmöglich. Aus diesem Grund ist harte Röntgenstrahlung für lokale Texturuntersuchungen nicht optimal geeignet.

### 3.2 Blendenabstand zum Zentrum des Kernvolumens

Ein weiteres Problem bei der Definition des Beugungsvolumens ist der maximale mögliche Abstand der Blenden. Er ergibt sich aus der Divergenz des Primär- beziehungsweise Sekundärstrahls. Diese Divergenz ist beim Primärstrahl einerseits durch die Divergenz des Neutronenstrahls vor dem Monochromator und andererseits durch den vertikalen Fokus des Monochromators bestimmt. Für den Sekundärstrahl gehen des Weiteren noch die Mosaizität des Monochromators (beeinflusst die Wellenlängenverteilung), die Größe des Beugungsvolumens und die Probeneigenschaften wie z.B. Mikrospannungen ein. Auch muss sekundär-

seitig berücksichtigt werden, dass der Flächendetektor in voller Breite homogen ausgeleuchtet wird, da nur so mehrere  $\{hkl\}$  Reflexe gleichzeitig gemessen werden können. Unter diesem Gesichtspunkt, weitet sich der sekundärseitige Brennfleck und somit das Beugungsvolumen mit zunehmender Detektorfläche drastisch auf. All dies limitiert somit den maximalen Abstand der Blenden zum definierten Beugungsvolumen und schränkt dadurch die maximale Probengröße erheblich ein. Abbildung 3.2 veranschaulicht den Einfluss der Flächendetektorgröße und der Position der Sekundärblende auf das zu definierende Beugungsvolumen. Hierbei wurde ein für STRESS-SPEC typischer Probedetektorabstand von 900mm zugrunde gelegt. Für den 2007 an STRESS-SPEC zur Verfügung gestandenen Detektor bedeutet dies, dass sich bei einem Sekundärblendenabstand zum zu definierenden Beugungsvolumen von 2cm eine horizontale Defokussierung von 1,8mm ergibt.

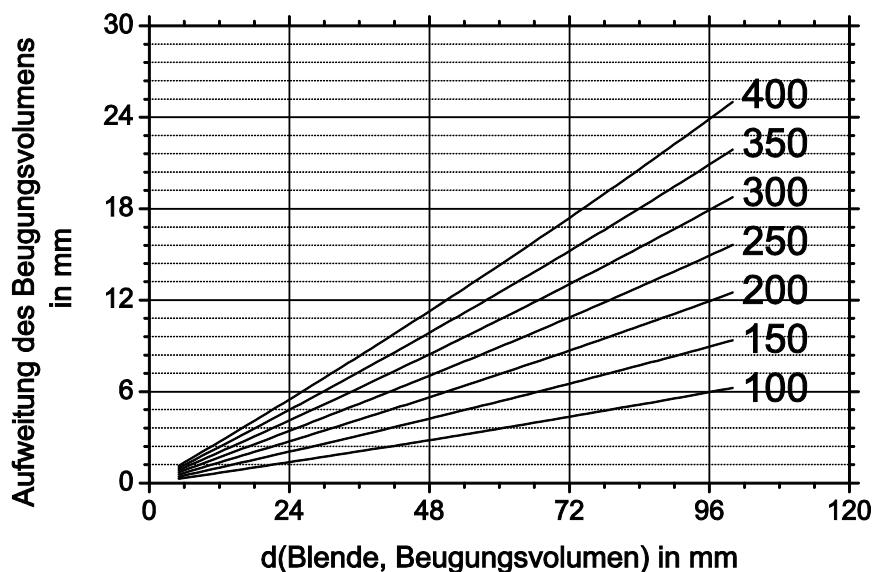


Abbildung 3.2: Horizontale Aufweitung des definierten Beugungsvolumens in Abhängigkeit des Blendenabstandes. Diesen Daten liegt ein Abstand von 900mm zwischen Probe und Detektor zugrunde. Die dargestellten Kurven wurden für Detektoren mit einer aktiven breite von 100mm - 400mm berechnet.

### 3.3 Messzeit

Um Texturgradienten präzise untersuchen zu können, muss die Größe des Beugungsvolumens so definiert werden, dass das maximale an der Beugung beteiligte Volumen (siehe Abschnitt 3.1) der erwarteten Schärfe des Texturgradienten entspricht. Da auf Grund der Anisotropie des Beugungsvolumens eine korrekte Mittelung der Textur im untersuchten Probenvolumen nicht möglich ist, muss die Instrumentenkonfiguration so gewählt werden, dass die Anisotropie des untersuchten Probenvolumens weitestgehend homogen ist.

Die daraus resultierende notwendige Verringerung des Beugungsvolumens reduziert die Anzahl der gestreuten Neutronen (kohärent sowie inkohärent) was die notwendige Messzeit erhöht. Die Reduktion des Beugungsvolumens wird durch ein benötigtes Reflex zu Untergrundverhältnis von ca. 10 zu 1 limitiert, da sich der detektierte Untergrund aus mehreren Faktoren zusammensetzt und nicht linear mit der Reflexintensität sinkt. Im gemessenen Untergrund sind neben der inkohärenten Streuung der Probe, die Luftstreuung und eine Restsensitivität des Detektors auf Gammastrahlung enthalten. Für STRESS-SPEC ergibt sich bei gut streuenden Materialien wie Kupfer, Ferrit oder Aluminium ein minimales Beugungsvolumen von ca.  $1\text{mm}^3$ . Diese Angabe ist nicht als absolut zu betrachten, da die Streueigenschaften des zu untersuchenden Materials, die Anteile von kohärenter zu inkohärenter Streuung beeinflussen. Die Abbildung 3.3 zeigt schematisch die Untergrundeinflussfaktoren. Blau dargestellte Faktoren (Inkohärente-, Mehrfachstreuung und Gammastrahlung) sind sowohl von der Messzeit als auch vom Probenvolumen abhängig. Allein von der Messzeit abhängig sind lediglich die grün dargestellten Faktoren. Daraus ergibt sich, dass solange im Untergrund die inkohärente und Mehrfachstreuung der Probe überwiegen, nimmt der Untergrund nahezu linear mit dem Beugungsvolumen ab. Dominieren diese beiden Einflussfaktoren nicht mehr, lässt sich der Untergrund durch die Reduktion des Beugungsvolumens nur noch geringfügig beeinflussen. Für Messungen an STRESS-SPEC folgt, dass die Reduktion des Beugungsvolumens bis ca.  $10\text{mm}^3$  umgekehrt linear proportional mit der Messzeit zusammenhängt.

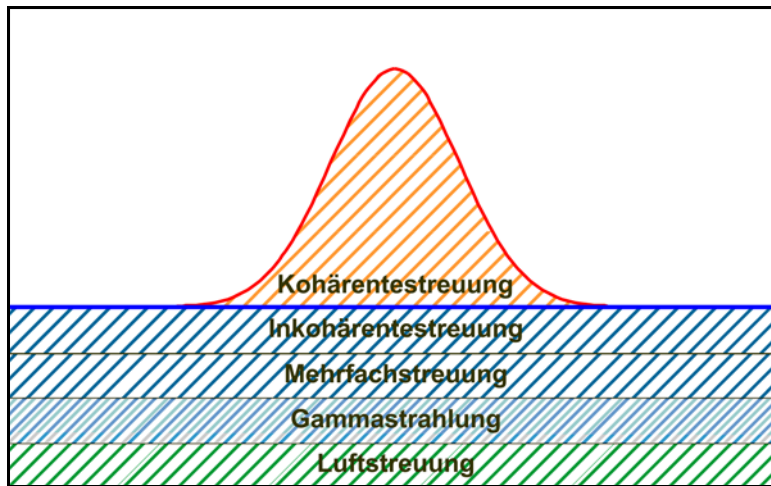


Abbildung 3.3: Schematische Darstellung der im Untergrund enthaltenen Anteile. Die blau dargestellten Faktoren korrelieren mit dem Beugungsvolumen sowie mit der Messzeit. Die grünen Anteile korrelieren lediglich mit der Messzeit.

Übertragen auf die Anforderungen für lokale Texturuntersuchungen an STRESS-SPEC bedeutet dies, dass bei einer Reduktion des Beugungsvolumens, vom für globale Messungen üblichen Volumen, von  $1000\text{mm}^3$  auf ca.  $10\text{mm}^3$ , sich die notwendige Messzeit um das 100 fache verlängert. Um lokale Texturuntersuchungen an STRESS-SPEC durchführen zu können, muss aufgrund dessen die Effizienz des Instruments drastisch gesteigert werden.

### Ausblick:

Um den Zusammenhang der Einflussfaktoren im gemessenen Untergrund besser aufschlüsseln zu können, wäre es möglich aus den gemessenen  $\{hkl\}$  Reflexen mit Hilfe der Strukturinformationen der Probe eine Rietveldverfeinerung durchzuführen. Damit ließe sich der gesamten Anteil der kohärenten Streuung bestimmen. Anschließend kann anhand der materialspezifischen Streuparameter der inkohärente Anteil berechnet werden, welcher wiederum ein Teil des Untergrundes ausmacht. Da dieses Verfahren sehr zeitaufwendig ist, wurde bis zu einer Beugungsvolumenverringerung auf  $10\text{mm}^3$ , in erster Näherung, ein linearer Zusammenhang zugrunde gelegt.

### 3.4 Absorptionseinflüsse

Bei Diffraktionsexperimenten resultiert die Schwächung der Strahlintensität (Absorption) aus der Wechselwirkung der verwendeten Strahlungsart mit dem untersuchten Material. Die Gleichung ( 3.1 ) beschreibt den Zusammenhang zwischen einfallender Strahlintensität  $I_0$  und ausfallender Strahlintensität  $I$ . Die Abnahme der Intensität ist abhängig von der Wegstrecke  $x$  und dem linearen Absorptionskoeffizient  $\mu$ , wobei  $\mu$  eine material-, strahlungsart- und energie-spezifische Konstante ist (Dachs, 1978).

$$I = I_0 \cdot e^{-\mu \cdot x} \quad (3.1)$$

Da während eines Experiments die Wellenlänge und somit die Energie bei monochromatischen Experimenten konstant bleibt, variiert die Stärke der Absorption ausschließlich in Abhängigkeit der Strecke des Strahls innerhalb der Probe. Bei Texturuntersuchungen kann die Variation der Wegstrecken nur ausgeschlossen werden, wenn die Messung global an kugelförmigen Proben erfolgt. Nur so bleibt die durchschnittliche Wegstrecke für alle finiten Elemente der Probe über alle Orientierungen gleich. Bei globalen Texturuntersuchungen mit Neutronen kann der Einfluss der Absorption bei nicht kugelförmigen Proben, welche vom Strahl umspült werden, aufgrund der geringen Schwächung meist vernachlässigt werden. Im Gegensatz zu globalen Texturmessungen kann bei lokalen Texturuntersuchungen die Variation der Strahllängen innerhalb der Proben über verschiedenen Orientierungen drastisch größer sein. Aufgrund dessen steigt bei lokalen Texturmessungen der Einfluss durch Strahlabsorption auf die gemessenen inkrementellen Intensitäten, da der Weg des Strahls innerhalb der Probe die Strahlintensität exponentiell schwächt (Mücklich & Klimanek, 1994; Nikolayev & Walther, 1994).

Der lineare Absorptionskoeffizient  $\mu$  ergibt sich aus der Summe der Wirkungsquerschnitte  $\sigma_i$  der einzelnen Atome einer Elementarzelle bezogen zum Zellvolumen  $V_Z$ .

$$\mu = \frac{1}{V_Z} \sum_{i=1}^n \sigma_i \quad (3.2)$$

Durch die Größe des Zellvolumens, geht in den linearen Absorptionskoeffizienten  $\mu$  die Dichte  $\rho$  des Materials ein. Aufgrund dessen ist nicht nur die Substanz sondern auch die Struktur des Materials von Bedeutung. Die Faktoren aus denen sich die Wirkungsquerschnitte  $\sigma_i$  der einzelnen Atome zusammensetzen, werden auf den folgenden Seiten für Neutronen und Synchrotronstrahlung separat erläutert.

### 3.4.1 Absorptionseinflüsse bei Neutronenstrahlung

Grundsätzlich werden zwei Arten von Wechselwirkung bei Neutronen unterschieden. Zum Einen, die Neutronenanlagerung, bei welcher ein Neutron mit einem Atomkern reagiert, wobei dieser das Neutron aufnimmt. Das Ergebnis dieses Prozesses ist ein Isotop desselben Elements, welches meist instabil ist und somit wieder zerfällt. Die zweite Art der Wechselwirkung ist die Neutronenstreuung. Diese Art der Wechselwirkung kann einerseits mit dem Kern eines Atoms (Kernstreuung) oder andererseits mit dem magnetischen Moment der Elektronenhülle (magnetische Streuung) stattfinden. Magnetisch sensitiv sind Neutronen aufgrund ihres magnetischen Moments. Im Fall der Kernstreuung kann der Wirkungsquerschnitt  $\sigma$  von Element zu Element der gleichen Periode und sogar von Isotop zu Isotop des gleichen Elements stark variieren. Beispielhaft sei hier  ${}^6\text{Li}$  mit 940b/atom und  ${}^7\text{Li}$  mit 0,045b/atom genannt. Beide Varianten der Streuung (magnetische und Kernstreuung) werden wiederum unterteilt in elastische und inelastische Streuung. Wobei bei der Diffraktion nur der elastische Streuanteil (Streuung ohne Energieübertrag) betrachtet wird. Inelastische Streuung hingegen ermöglicht durch das An- oder Abregen von Gitterschwingungen (übertragen von Energie) die Untersuchung von Phononen und Magnonen. In beiden Fällen (elastischer und inelastischer Streuung) spricht man von kohärenter und inkohärenter Streuung. Als kohärent wird der Streuanteil bezeichnet, welcher aufgrund der Periodizität des Gitters eine feste Phasenbeziehung zwischen einfallender und ausfallender Welle hat und dadurch Interferenzmuster erzeugt. Während beim inkohärenten Streuanteil diese Phasenbeziehung nicht existiert und dieser Anteil deshalb als Untergrund wahrgenommen wird (Hunklinger, 2009).



Elementspezifische Parameter zur Berechnung des energiespezifischen Wirkungsquerschnitts für Neutronen, werden vom National Institute of Standards and Technology veröffentlicht.

### 3.4.2 Absorptionseinflüsse bei Synchrotronstrahlung

Synchrotronstrahlung ist Photonenbasiert und wechselwirkt mit der Elektronenhülle der Atome. Dies bedeutet einerseits, dass sie verwendet werden kann um die Elektronenaufenthaltswahrscheinlichkeit aufzulösen. Andererseits ist dies nachteilig, da für Synchrotronstrahlung der Wirkungsquerschnitt  $\sigma$  direkt mit der Ordnungszahl der Elemente korreliert. Aufgrund dessen steigt der lineare Absorptionskoeffizient  $\mu$  signifikant für Materialien die aus schweren Elementen bestehen. Diesem Effekt kann nur durch die Erhöhung der Photonenenergien entgegengewirkt werden. Diese hochenergetische Photonenstrahlung wird auch als harte Röntgenstrahlung bezeichnet. Der Wirkungsquerschnitt dieser harten Röntgenstrahlung setzt sich aus den im Folgenden erläuterten Einflussfaktoren zusammen.

#### **Rayleigh-Streuung:**

Streuprozesse an gebundenen Elektronen, welche keine Elektronen aus ihrer Bindung lösen, bezeichnet man als Rayleigh-Streuung. Während dieses meist elastischen Prozesses werden, sofern am periodischen Atomgitter gestreut wird, Interferenzmuster gebildet. Dies bezeichnet man als kohärente Streuung. Bei Diffraktionsexperimenten enthält diese kohärent gestreute Strahlung die relevanten Informationen, da aus dem Winkel unter welchem sich die Interferenz bildet, der Gitterabstand rückgerechnet werden kann (Bragg Gleichung). Oftmals wird jedoch fälschlicher Weise postuliert, dass dieser Streueffekt rein elastisch sei. Dem ist jedoch nicht so, denn durch Gitterschwingungen (Phononen) können auch Energieüberträge stattfinden, welche sich dann als diffuse inkohärente Streuung darstellen (Gerward, 1980).

### Photoeffekt:

Beim auch als reine Absorption bezeichneten Photoeffekt, trifft ein Gammaquant auf eine Elektronenschale eines Atoms und löst ein Elektron aus dessen Schale. Dabei wird die gesamte Energie des Gammaquants absorbiert und an das Elektron übergeben. Ein Teil der Energie wird benötigt um die Bindungsenergie des Elektrons zu überwinden. Die restliche Energie wird als Impuls im Elektron bzw. als Rückstoßimpuls im Atom gespeichert. Gleichung ( 3.3 ) stellt diesen Zusammenhang dar.

$$E_{kin} = h\nu - E_{Bindung} \quad ( 3.3 )$$

Dieser Effekt ist bei niedrigen Energien und bis ca. 700keV dominant. Weisen die Photonen exakt die Bindungsenergie von Elektronen aus einer entsprechenden Schale auf, kommt es im Energiespektrum durch den Photoeffekt zu sogenannte Absorptionskanten.

### Comptoneffekt:

Unter Compton-Streuung versteht man eine inelastische Streuung eines Photons mit einem Hüllenelektron. Die Energie des Photonenquants muss dabei viel größer sein als die Bindungsenergie des Hüllenelektrons. Dem gestreuten Photon bleibt nach der Energieweitergabe an das Elektron eine Restenergie, daher bezeichnet man diesen Prozess auch als Rotverschiebung. Die Restenergie variiert, da je nach Streuwinkel unterschiedlich viel kinetische Energie auf das Elektron übertragen wird. Aufgrund dessen handelt es sich um inelastische Streuung, welche sich im Untergrund als Inkohärenz äußert. Dieser Effekt ist bei Energien von 700keV bis 10MeV dominant.

### Paarbildung:

Bei der Paarbildung wird im elektrischen Feld des Atomkerns ein Positron-Elektronpaar gebildet. Um dieses Materie- Antimaterieteilchenpaar entstehen zu lassen muss die Ruheenergie des Teilchenpaares überwunden werden. Die Energieschwelle liegt bei 1,022MeV. Das Positron zerstrahlt unmittelbar nach der Entstehung bei einer Rekombination in 2 bis 3 Photonen. Dieser Absorptions-

effekt kommt für Photonenenergien größer als ca. 1 MeV zum Tragen und kann bei Diffraktionsexperimenten komplett vernachlässigt werden.

### Kernphotoeffekt:

Als Kernphotoeffekt bezeichnet man eine Kernreaktion aufgrund von elektromagnetischer Wellen. Dabei kommt es zu einer Wechselwirkung mit den Nukleonen im Kern, was zum Zerfall des Kerns führt. Dieser Effekt tritt erst bei sehr hohen Energien auf. Ein Beispiel hierfür ist Pb mit einer Energieschwelle von 7,9 MeV. Bei Diffraktionsexperimenten kommt es auf Grund der zu geringen Energien nicht zu Kernprozessen, weshalb dieser Effekt außer Acht gelassen werden kann.

Für die Berechnung des Absorptionskoeffizienten  $\mu$  müssen bei Synchrotron basierten Experimenten demnach nur die folgenden Effekte berücksichtigt werden.

- Rayleigh Streuung (elastisch kohärent)
- Photoeffekt (nur Absorption)
- Compton- Streuung (inelastisch inkohärent)

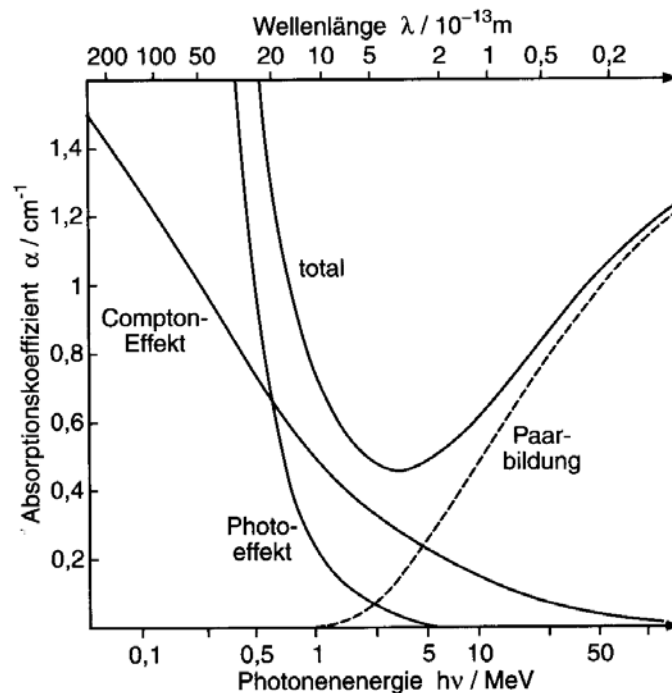


Abbildung 3.4: Darstellung der Absorptionseffekte nach Photonenergie (Demtröder, 2005)

Die Abbildung 3.4 zeigt die Einflüsse der relevanten Absorptionseffekte in Abhängigkeit der Photonenenergie. Bei Diffraktionsexperimenten werden typischerweise Photonen mit Energien im Bereich von 60keV - 150keV verwendet.

Die Berechnung des linearen Absorptionskoeffizienten  $\mu$  kann wie folgt durchgeführt werden. Zuerst müssen alle relevanten Wirkungsquerschnittsanteile einer spezifischen Energie aufsummiert werden.

$$\sigma = \sigma_{Ray} + \sigma_{Photo} + \sigma_{Compton} + \sigma_{Paar} + \sigma_{Kernphoto} \quad (3.4)$$

Anschließend wird der lineare Absorptionskoeffizient  $\mu$  nach Gleichung (3.2) bestimmt. Handelt es sich bei dem zu untersuchenden Material um eine Struktur bestehend aus Elementen mit stark unterschiedlichen Wirkungsquerschnitten, muss der lineare Absorptionsquerschnitt für jedes enthalten Element separat gebildet werden. Zu beachten ist hierbei, dass die für die zu untersuchenden Substanz korrekte Dichte des jeweiligen Elements verwendet wird. Die so berechneten Einzelabsorptionsquerschnitte werden zum gesamten Absorptionsquerschnitt aufsummiert.

### 3.4.3 Vergleich von Neutronen- und Photonenstrahlung

Abschließend lässt sich festhalten, dass Photonenstrahlung durch die Korrelation des Absorptionsquerschnitts mit der Massenzahl der bestrahlten Elemente, nur bei leichten Materialien für lokale Texturuntersuchungen geeignet ist. Bei Materialien mit Bestandteilen aus schweren Elementen wie Eisen, ist die maximale Eindringtiefe von Photonen stark limitiert. Äußern kann sich der unterschiedliche Wechselwirkungsquerschnitt zwischen Neutronen und Photonen bereits bei Materialien aus leichten Elementen wie z.B. Aluminium. Beispielsweise ist der lineare Absorptionskoeffizient von Al für Röntgenstrahlung mit einer Wellenlänge von  $1,8\text{\AA}$   $\mu \approx 21\text{mm}^{-1}$  und für Neutronenstrahlung gleicher Wellenlänge lediglich  $\mu \approx 0,0014\text{mm}^{-1}$ . Veranschaulicht ausgedrückt durchdringen demnach 80% der Neutronen mit  $1,8\text{\AA}$  eine 150mm dicke Al-Platte, während mit Röntgenstrahlung gleicher Wellenlänge lediglich eine 10 $\mu\text{m}$  dicke Al-Platte mit gleicher Transmissionsrate durchdrungen werden kann. Um den hohen Absorptions-

querschnitt zu reduzieren, lassen sich an synchrotronbasierten Diffraktometern Experimente mit Energien von bis zu 120keV ( $\lambda=0,1033\text{\AA}$ ) durchführen. Dadurch reduziert sich jedoch die Wellenlänge  $\lambda$  und nach Bragg der Streuwinkel  $2\theta$ , siehe Abschnitt 2.2.3.

Neutronenstrahlung hat hingegen, aufgrund der Wechselwirkung mit dem Atomkern, einen isotonenabhängigen Absorptionsquerschnitt (Strobl et al., 2009). Selbst bei Materialien bestehend aus schweren Elementen wie z.B. Blei, bietet Neutronenstrahlung hohe Eindringtiefen und ist deshalb optimal für lokale Texturuntersuchung. Dennoch müssen Einflüsse hervorgerufen durch Absorptionseffekt auf orts aufgelöst gemessene Polfiguren berücksichtigt werden. Verfahren zur Korrektur dieser überlagerten absorptionsbedingten Einflüsse wurden bereits 2002 an globalen experimentellen Polfiguren getestet (Luzin & Brokmeier, 2002).

Das in Abbildung 3.5 dargestellte Diagramm stellt in Abhängigkeit der Elementordnungsahl den Masseschwächungskoeffizient von Photonen mit 100keV dem von thermischen Neutronen gegenüber. Der Massenschwächungskoeffizient ergibt sich aus dem linearen Absorptionskoeffizienten ohne Berücksichtigung der Dichte ( $\mu/\rho$ ), siehe Formel ( 3.5 ).

$$I = I_0 \cdot e^{\left(-\frac{\mu}{\rho} \cdot \rho d\right)} \quad (3.5)$$

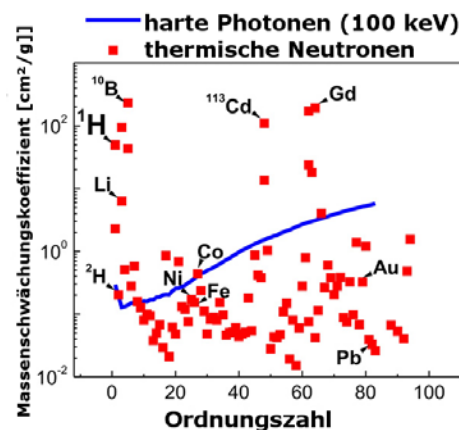


Abbildung 3.5: Vergleich der Massenschwächungskoeffizienten ( $\mu/\rho$ ) zwischen thermalen Neutronen und Photonen mit 100keV in Abhängigkeit der Ordnungszahl. Für die Bestimmung des Koeffizienten der thermischen Neutronen wurde das natürliche Isotopengemisch zugrunde gelegt (Banhart, 2008).

### 3.5 Probenpositionierung

An monochromatisch arbeitenden Neutronendiffraktometern können vollständige Polfiguren nur gemessen werden, wenn die Probe sowohl rotiert als auch gekippt wird. Eine genauere Erläuterung ist in den Abschnitten 2.2.1 und 2.2.3 gegeben. Die verschiedenen notwendigen Probenorientierungen während einer Messung werden meist unter Verwendung konventioneller Eulerwiegen basierter Probenpositioniersysteme eingestellt, siehe Abbildung 3.6. Diese Eulerwiegen schränken jedoch die Positionierflexibilität erheblich ein. Einerseits limitieren sie durch ihren  $\chi$ - Kreisdurchmesser die maximalen Ausmaße der Probe und den maximal möglichen Hub. Andererseits ergeben sich durch den  $\chi$ - Kreis bei  $\omega$ -Rotationen Probleme mit den Instrumentblenden. Im Falle vom Neutronendiffraktometer STRESS-SPEC können keine  $\omega$  Winkel größer als  $44^\circ$  eingestellt werden, da sonst der  $\chi$ - Kreis der Eulerwiege die Primärblende tangieren würde. Des Weiteren erlaubt die mit einem XYZ-Tisch ausgerüstete Eulerwiege an STRESS-SPEC einen maximalen XY- Verfahrbereich von 100mm und einen maximalen Hub (Z- Fahrbereich) von 25mm. Dies beschränkt erheblich den für lokale Texturanalysen nutzbaren Untersuchungsbereich innerhalb der Proben.

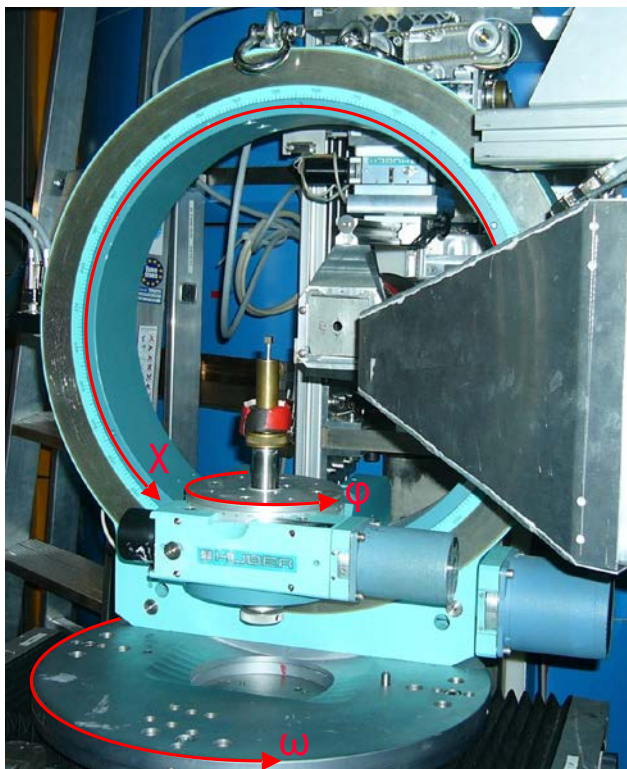


Abbildung 3.6: Eulerbaugruppe am STRESS-SPEC

---

### **3.6 Korngrößenlimitierung durch reduziertes Beugungsvolumen**

Um die Orientierungsverteilung durch die Methode der Polfigurmessung ausreichend präzise bestimmen zu können ist es erforderlich bei jeder Probenorientierung ausreichend viele Körner (bzw. Netzebenen) in Bragg-Bedingung zu versetzen. Wie viele Körner eines untersuchten Volumens für eine diskrete Probenorientierung die Bragg-Bedingung vollziehen hängt von folgenden Faktoren ab.

- der Größe des untersuchten Volumens
- der durchschnittlichen Korngröße
- der Instrumentauflösung (Polfigurfenster)
- der Flächenhäufigkeit der untersuchten  $\{hkl\}$  Orientierung
- der Texturschärfe

Um eine ausreichende Statistik bei der Bestimmung der integralen Intensität einer diskreten Orientierung  $\{\Delta\alpha, \Delta\beta\}$  zu erhalten, sollten ca. 100 Körner des Beugungsvolumens für die diskrete Netzebenenorientierung unter Bragg-Bedingung stehen. Der Wert 100 ergibt sich aus der Statistikrechnung. Dies bedeutet beispielsweise, dass bei einer regellosen kubischen Probe mit 2mm Kantenlänge, welche an STRESS-SPEC global untersucht wird, die Körner eine mittlere Größe von 20 $\mu$ m Durchmesser nicht überschreiten dürften. Im Folgenden wird der Rechenweg detailliert erläutert.

Bei einer regellosen Probe gilt:

$$\oint f(g)dg = 1 \quad (3.6)$$

Aufgrund dessen sind die Kornorientierungen auf der Oberfläche einer Einheitskugel gleich verteilt. Somit ergibt sich, dass  $\Delta N$  Körner einen Orientierungsbereich  $g$  haben, welcher durch ein Flächenelement  $\Delta A$  der Kugel dargestellt werden kann.

$$\frac{4\pi}{N} = \frac{\Delta A}{\Delta N} \quad (3.7)$$

Für kleine Flächeelemente nahe dem Meridian gilt:

$$\Delta A \approx \sin(\alpha) \cdot \sin(\beta)$$

Das aus der Instrumentauflösung resultierende Polfigurfenster, definiert welche Flächengröße der Polkugel bei einer diskreten Probenorientierung auf einmal erfasst wird. Anhand der Gleichung ( 3.8 ) lässt sich daraufhin berechnen, wie viele Körner bei einer diskreten Orientierung die Bragg-Bedingung vollziehen.

$$\Delta N \approx \frac{\sin(\alpha) \cdot \sin(\beta)}{4\pi} \cdot N \quad (3.8)$$

**$\Delta N$  sollte mindestens 100 entsprechen,**

**dies ergibt sich aus der Statistikrechnung.**

Da die verschiedenen  $\{hkl\}$  Netzebenen einer Einheitszelle unterschiedliche Flächenhäufigkeiten  $H$  habe, muss die Anzahl der der Körner  $\Delta N$  zudem mit  $H$  multipliziert werden. Daraus ergibt sich die Anzahl der Netzebenen ( $hkl$ ) welche für eine diskrete Polfigurorientierung Streuen. Für eine kubische Probe mit 2mm Kantenlänge ergibt sich an STRESS-SPEC ein(e):

- Polfigurfenster mit ca.  $\{\Delta\alpha=1,68^\circ, \Delta\beta=0,35^\circ\}$  bei Verwendung des Ge  $\{311\}$  Monochromators mit  $1,76\text{\AA}$ .
- Probenvolumen  $V_{\text{Probe}} = 8\text{mm}^3$ .
- Flächenhäufigkeit von  $H = 6$  für Al  $\{200\}$ .
- Schärfe der Reglung von 1.

$$V_{\text{Korn}} = \frac{V_{\text{Probe}} \cdot \sin(\alpha) \cdot \sin(\beta)}{4\pi \cdot \Delta N \cdot H} \quad (3.9)$$



Aus diesen Werten ergibt sich eine maximale mittlere Korngröße von  $4,25 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3$ , was einem Korndurchmesser von ca.  $20 \mu\text{m}$  entspricht. Für den Fall, dass die zu untersuchende Probe eine starke Regelung aufweist (mehr als 3 MRD) ergibt sich eine dementsprechend limitierte Korngröße, da auch für die Orientierungsrichtungen der Minima eine ausreichende Kornstatistik gewährleistet sein muss.



## 4 Ausgangszustand von STRESS-SPEC

Die im Rahmen dieser Arbeit erzielten Fortschritte im Bereich der Instrumentierung werden anhand von Vergleichsmessungen einer Standardprobe dokumentiert. Im Folgenden wird nach einer Kurzbeschreibung dieser Standardprobe der Ausgangszustand des Diffraktometers STRESS-SPEC beschrieben.

### 4.1 Standardprobe aus stark gewalztem Al7020

Um Texturergebnisse verschiedener Diffraktometer besser vergleichen zu können und sie dadurch transparent zu machen, wurden Messungen mit einer Standardprobe durchgeführt. Dabei handelt es sich um eine kubische Probe aus stark gewalztem Aluminiumblech (Al7020) mit einer Kantenlänge von 10mm. Die Probe wurde zusammen mit 5 weiteren Proben aus dem Zentrum eines Aluminiumblechs entnommen (siehe Abbildung 4.1). Durch die Entnahme der Proben entlang der Walzrichtung ist sichergestellt, dass die Textur der 6 Proben nahezu identisch ist. Bestätigt wurde dies auch durch eine Vorcharakterisierung der Proben am TEX2 des FRG-1 (Brokmeier, 1997).

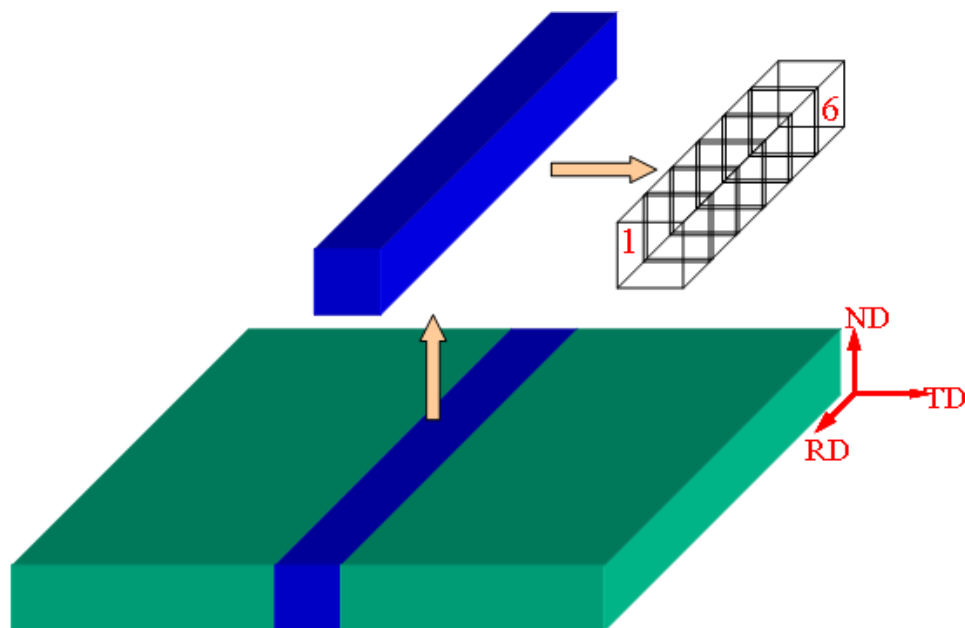
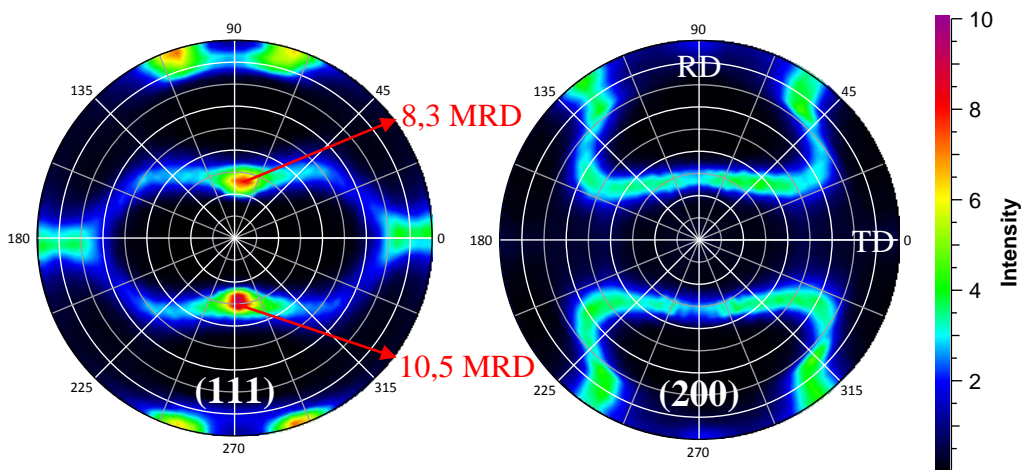


Abbildung 4.1: Skizzierte Darstellung der 6 Standardproben aus einem Al7020 Blech. Die Orientierung des Blechs ist in englischer Notation angegeben, wobei RD (rolling direction) für die Walzrichtung steht.

## Ergebnisse von TEX2

Die globalen Polfigurmessungen der Al7020 Proben an TEX2 wurden unter Verwendung des Cu {111} Monochromators mit einer Neutronenwellenlänge von  $\lambda=1,33\text{\AA}$  durchgeführt. Für alle 6 Proben wurden die Polfiguren der {111} und {200} Netzebenen in einem flächentreuen Raster mit 679 Messpunkten gemessen. Diese Messdaten wurden zur Weiterverarbeitung auf ein winkeltreues  $5^\circ \times 5^\circ$  Raster interpoliert. Abbildung 4.2 stellt die Polfiguren von Probe 6 nach der Interpolation in MRD dar. Die für polykristalline kfz (kubischflächen-zentriert) Materialien typische Walzdeformationstextur ist dort gut zu erkennen (Grewen & Wassermann, 1955).



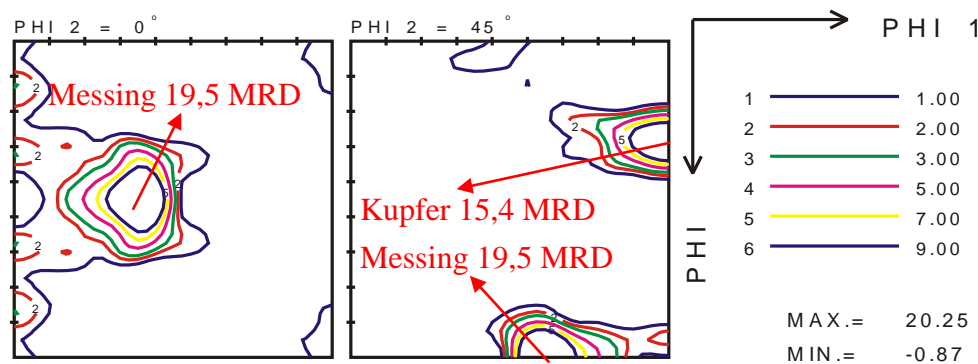
**Abbildung 4.2:** Gemessene Polfiguren der gewalzten Al7020 Standardprobe (TEX2) Darstellung in MRD.

Der Walzvorgang ist ein symmetrischer Deformationsprozess. Die Symmetrie ergibt sich aus den drei im rechten Winkel zueinander stehenden Verformungskomponenten (Walzrichtung, Transversalrichtung und negative Normalenrichtung). Da sich die einzelnen Verformungskomponenten des Walzprozesses in ihrer Stärke unterscheiden, ergibt sich eine orthorhombische Verformungssymmetrie. Die X-Achsen- und Y-Achsensymmetrie der Polfiguren in Abbildung 4.2 bestätigen dies. Deshalb wurden die Polfiguren vor der Berechnung der OVF orthorhombisch symmetrisiert, dies verbessert die Statistik der einzelnen Polfigurpunkte. Anschließend wurde die OVF unter Verwendung der harmonischen Methode von Bunge entwickelt, um die einzelnen Texturkomponenten zu bestimmen. Dabei wurden die Entwicklung der Fourierreihe bei  $L_{\max}=37$

abgebrochen. Man spricht in diesem Fall von der Fourierreihe 37. Grades. Dies entspricht dem durch Matthies definierten Konvergenzkriterium

$$L_{\max} = \frac{360^\circ}{2\Delta\varphi}, \quad (4.1)$$

wobei  $\Delta\varphi$  der Rasterabstand der Polfigur ist (Helming, 1995). Die Rückrechnung der beiden experimentellen Polfiguren aus der OVF ergab einen  $RP_{0,2}$  Fehler von 7,49% für die {111} und 5,18% für die {200} Polfigur. Unter RP ist dabei die durchschnittliche Abweichung zwischen experimenteller und rückgerechneter Polfigur, angegeben in % zu verstehen. Der Index 0,2 gibt an, dass nur die Polfigurpunkte deren MRD Wert über 0,2 liegt in die Berechnung eingehen (Matthies et al., 1988). Abbildung 4.3 zeigt die beiden aussagekräftigsten OVF-Schnitte.



**Abbildung 4.3: OVF-Schnitte der gewalzten Al7020 Standardprobe gemessen am TEX2, Darstellung in MRD.**

In der Tabelle 4.1 sind die Haupttexturkomponenten zusammengetragen. Die starke Regelung der Deformationstexturkomponenten (Messinglage, Kupferlage, Taylorlage und S-Lage) lässt auf eine starke Reduktion der Blechdicke schließen (mindestens  $\eta=90\%$ ) (Bunge, 1982). Des Weiteren wird an den schwachen Rekristallisationskomponenten (Würfellage nahezu 0 und Goss-Lage von 1) erkennbar, dass die Prozesstemperatur des Walzens unterhalb der Rekristallisationstemperatur von Aluminium lag. Genannte Aspekte gelten als typische Anzeichen für kalt gewalztes Aluminium.

**Tabelle 4.1: Ideallagen der gewalzten Al7020 Standardprobe (TEX2)**

$\varphi_1$	$\Phi$	$\varphi_2$	Komponente	MRD
35°	45°	0°	(110) [-112] Messing	19,5
90°	30°	45°	(112) [11-1] Kupfer	15,4
40°	70°	20°	(4 4 11) [11 11 -8] Taylor	16
55°	35°	70°	(123) [63-4] S	18,8
90°	90°	45°	(110) [001] Goss	1

Aus der Literatur geht hervor, dass die Regelung der Textur durchaus stärker sein kann als es die Ergebnisse von TEX2 zeigen. Es wurde extra eine stark geregelte Probe als Standardprobe gewählt, um einen Überblick über den Einfluss der Instrumentauflösung auf ermittelte Texturergebnisse zu bekommen.

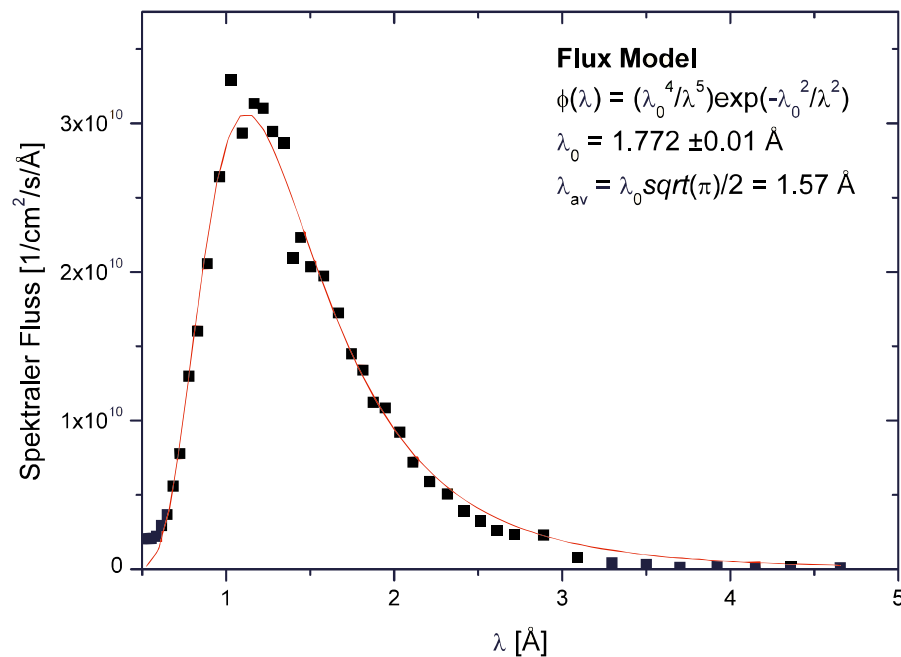
## **4.2 STRESS-SPEC 2007**

Das materialwissenschaftliche Neutronendiffraktometer STRESS-SPEC am FRM II (Forschungs-Neutronenquelle Heinz Maier-Leibnitz) der TU München ist für die Untersuchung von Eigenspannungen und Texturen entwickelt worden. Das Instrument wurde am thermischen Strahlrohr 3 gebaut und verfügt über drei optionale Monochromatoren. Durch die Möglichkeit den Abstrahlwinkel  $2\theta_M$  des aktiven Monochromators zwischen 35° und 110° zu variieren, kann die Wellenlänge eingestellt werden. Die Tabelle 4.2 zeigt für jeden Monochromator den nutzbaren Wellenlängenbereich. Es ist jedoch zu beachten, dass das Spektrum der thermischen Quelle diesen theoretisch möglichen Wellenlängenbereich weiter einschränkt (siehe Abbildung 4.4). Durch verschieden Kollimatoroptionen vor und nach dem Monochromator kann die Strahldivergenz reduziert und somit die Auflösung  $\Delta d/d$  erhöht bzw. das Polfigurfenster verkleinert werden. Die Flexibilität Wellenlänge und Auflösung zu variieren ermöglicht es an STRESS-SPEC die Instrumentkonfiguration gezielt an die Messanforderung anzupassen. Die Variation der Wellenlänge ist insbesondere bei Eigenspannungsuntersuchungen relevant. Denn nur durch anpassen der Wellenlänge lässt sich

konstruktive Streuung, für die zu untersuchende Netzebene unter einem  $2\theta$  Winkel von  $90^\circ$  erreichen. Ausschließlich ein Beugungswinkel von  $2\theta = 90^\circ$  ermöglicht die Untersuchung eines Spannungstensors aus drei Raumrichtungen ohne Einfluss des Beugungsvolumens (für nähere Information siehe Abschnitt 3.1).

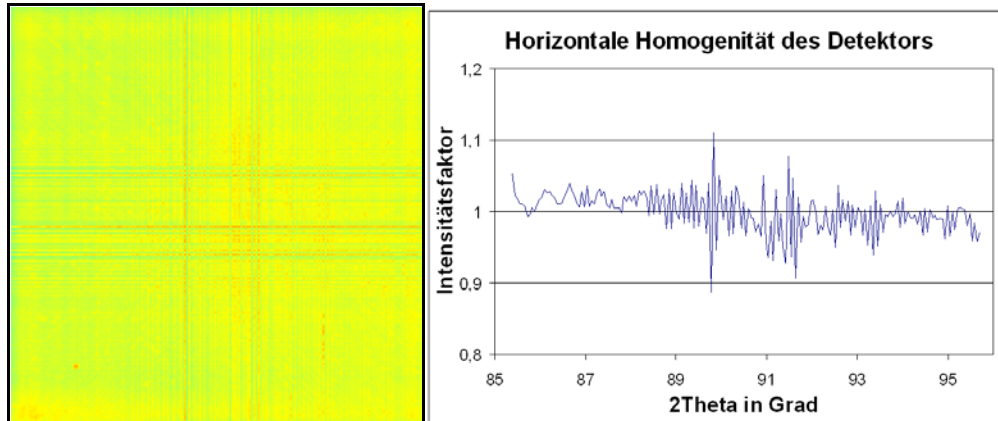
**Tabelle 4.2: Theoretisch einstellbare Wellenlängenbereiche der einzelnen Monochromatoren durch die Variation des Streuwinkels  $2\theta_M$ .**

Monochromator	Ge {311}	PG {004}	Si {400}
$\lambda_{\min}$ in Å	1,03	1	0,82
$\lambda_{\max}$ in Å	2,8	2,23	2,75



**Abbildung 4.4: Spektrum von STRESS-SPEC am Monochromator (Gaubatz, 1998).**

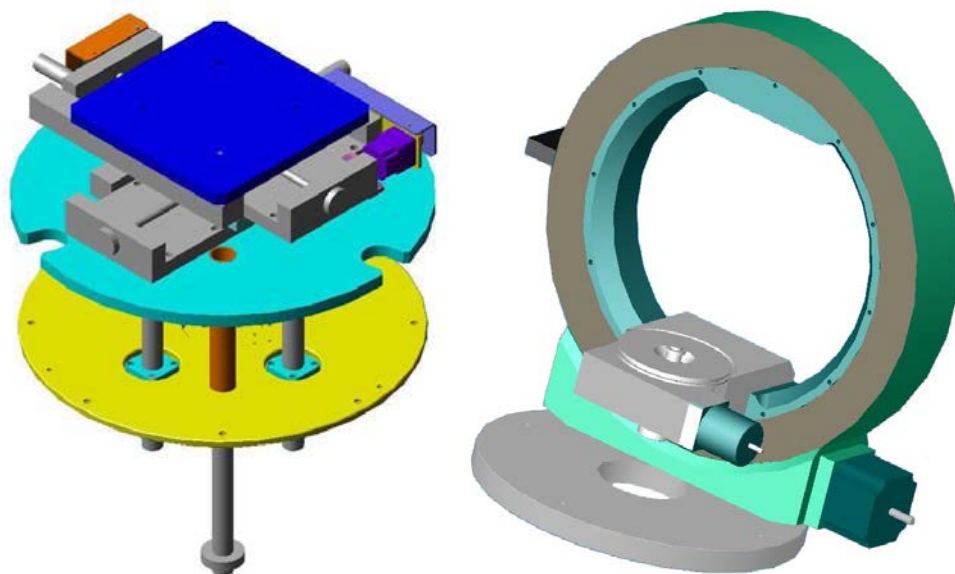
STRESS-SPEC verfügt über einen  $^3\text{He}$  basierten Drahtnetzflächendetektor mit einer aktiven Fläche von  $160 \times 160 \text{ mm}^2$ . Die Ortsauflösung der detektierten Neutronen erfolgt über Ketten von Verzögerungsgliedern (Delay-Line) und beträgt real ca.  $1.5 \times 1.5 \text{ mm}^2$ . Die Effizienz des Detektors liegt unter 25% bei einer Wellenlänge von  $1,8 \text{ Å}$ , da der Detektor  $^3\text{He}$  verliert. Abbildung 4.5 zeigt die Homogenität des Detektors, diese Daten wurden 2007 durch eine einstündige Messung von Vanadium gewonnen. Es ist zu erkennen, dass die Nachweiswahrscheinlichkeit des Detektors über die Fläche um  $\pm 10\%$  schwankt.



**Abbildung 4.5: Homogenitätsmessung des Detektors 2007. Links ist das Detektorbild zusehen und rechts ein vertikal aufintegriertes Diffraktogramm.**

Zur Probenpositionierung verfügt STRESS-SPEC über einen XYZ-Tisch der auf einem Drehkreis ( $\omega$  Rotation) montiert ist. Um die sechs Freiheitsgrade für Texturuntersuchungen zu erhalten, kann auf diesen XYZ-Tisch eine geschlossene Euler-Wiege montiert werden (siehe Abbildung 4.6). Diese hat einen Durchmesser von 362mm und einen um 63,5mm verschobenen  $\phi$  Drehkreis.

Einen detaillierte Dokumentation des Instruments STRESS-SPEC und der Konfigurationsmöglichkeiten ist den Publikationen (Hofmann et al., 2006) und (Brokmeier et al., 2011) zu entnehmen.

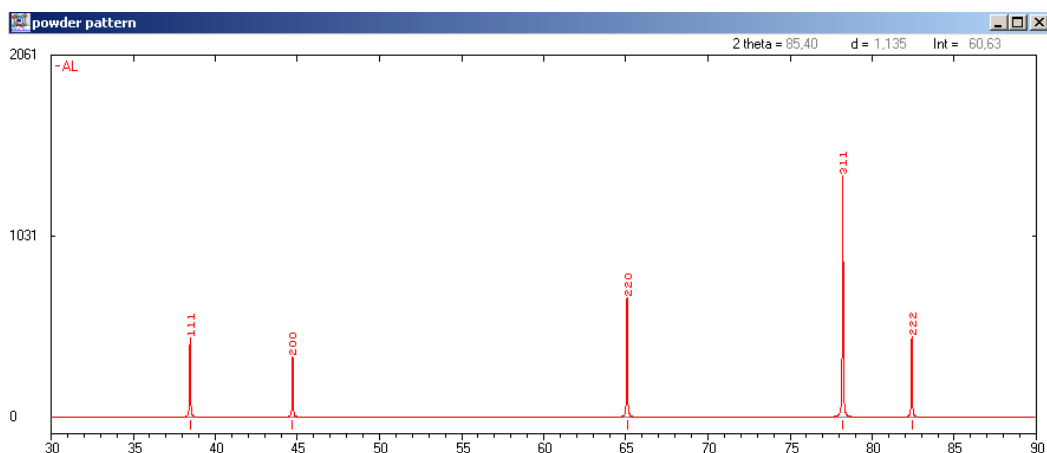


**Abbildung 4.6: CAD Zeichnung der XYZ-Tisch Baugruppe mit  $\omega$  Drehkreis (links) und der Eulerwiegenbaugruppe (rechts). (Quelle: HZB)**



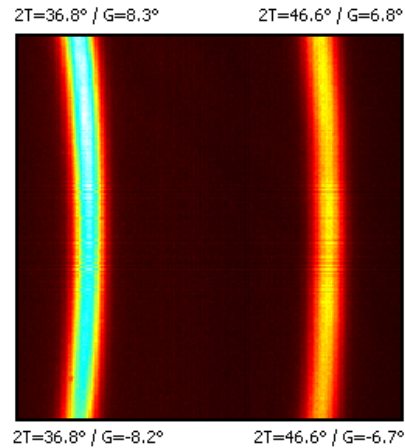
#### 4.2.1 Erste Untersuchung der Al7020 Standardprobe an STRESS-SPEC

Anfang 2008 wurde die Al7020 Standardprobe im Rahmen dieser Arbeit erstmals an STRESS-SPEC untersucht. Die Messungen erfolgten mit einer derzeit üblichen Instrumentkonfiguration für globale Texturuntersuchungen. Um einen möglichst hohen Neutronenfluss zu erreichen, wurde der Ge {311} Monochromator mit vollem vertikalen Fokus verwendet. Der PG {004} würde zwar einen höheren Neutronenfluss ermöglichen, dieser Monochromator hätte aber den Nachteil, dass die Wellenlänge  $\frac{2}{3}\lambda$  durch den PG {006} mitgestreut wird. Dies würde exakt zu einer Überlagerung der Reflexionen der Al {111} Netzebene mit der Al {220} Netzebene durch  $\frac{2}{3}\lambda$  führen. Deshalb wurde die Messungen unter Verwendung des Ge {311} mit  $\lambda=1,54\text{\AA}$  durchgeführt. Abbildung 4.7 zeigt ein berechnetes Aluminiumdiffraktogramm für die verwendete Wellenlänge. Die verwendeten  $\lambda=1,54\text{\AA}$  sind in diesem Fall ein guter Kompromiss zwischen Neutronenfluss und Nachweiswahrscheinlichkeit des Detektors.



**Abbildung 4.7:** Berechnetes Aluminiumdiffraktogramm für  $\lambda=1,54\text{\AA}$ , mit dem Programm PowderCell erstellt. Die X-Achse entspricht  $2\theta$  in Grad und die Y-Achse einem Faktor.

Der Flächendetektor wurde so dicht wie möglich an den Proben­tisch herangefahren. Der minimal erreichbare Probe-Detektorabstand betrug 930mm. Bei dieser Distanz deckt der Detektor einen  $\Delta 2\theta$  Bereich von  $9,8^\circ$  ab. Aufgrund dessen ist es möglich die ersten beiden Al7020 Reflexe ({111} und {200}) mit einer Detektorposition zu erfassen (siehe Abbildung 4.8).



**Abbildung 4.8:** Summendetektorbild der gesamten Polfigurmessung, erstellt mit "STeCa" (siehe Abschnitt 5.1). Die Daten in den Ecken geben die Winkelinformationen der Eckpixel an ( $2T \Rightarrow 2\theta$  und  $G \Rightarrow \gamma$ ).

Wie die Abbildung 4.8 zeigt wird für den ungünstigsten Fall ( $2\theta$  maximal) ein  $\Delta\gamma$  Bereich von  $13,5^\circ$  abgedeckt. Nähere Informationen zur Berechnung dieser Werte sind in Abschnitt 5.1.2 zu finden. Da während dieser Messung keine Informationen über den Abgedeckten  $\Delta\gamma$  Bereich zur Verfügung standen (die Software wurde später fertig gestellt), wurde der  $\Delta\gamma$  Bereich für einen Streuwinkel von  $2\theta=90^\circ$  berechnet ( $\Delta\gamma_{2\theta=90^\circ}=9,8^\circ$ ). Aus diesem Grund wurden während der Messung 10 diskrete Kippwinkel  $\chi$  mit der Probe angefahren (siehe Tabelle 4.3). Somit konnte ein Gesamtbereich von  $90^\circ$  mit leicht überlappenden Detektorbildern sicher abgedeckt werden. Die Polfigurmessung erfolgte im winkelgetreuen  $5^\circ$  Raster. Deshalb wurde für jede diskrete  $\chi$  Position eine  $360^\circ$   $\phi$  Rotation mit einer Schrittweite von  $\Delta\phi=5^\circ$  durchgeführt. Für die gesamte Polfigurmessung der beiden Reflexe ergeben sich somit  $360^\circ/5^\circ \cdot 10 = 720$  Probenpositionen. Wobei bei jeder diskreten Probenposition ein Detektorbild mit 3s Messzeit aufgenommen wurde. Somit ergibt sich eine reine Messzeit von 0,6h und eine reine Verfahrzeit von 2,4h, da jede Neupositionierung der Probe ca. 12s benötigt. Daraus resultiert eine gesamte Messzeit von ca. 3h für diese beiden zusammen gemessenen Polfiguren.

**Tabelle 4.3:** Diskrete Kippwinkel  $\chi$  der Al7020 Polfigurmessung

$\chi$ in $^\circ$	4	13	22	31	40	49	58	67	76	85
--------------------	---	----	----	----	----	----	----	----	----	----

### Ergebnisse der ersten Al7020 Messung an STRESS-SPEC

Die Abbildung 4.9 zeigt die experimentellen Polfiguren der diskreten Messung 2008 an STRESS-SPEC interpoliert auf ein  $5^\circ \times 5^\circ$  Raster. Es ist gleich zu erkennen, dass die an STRESS-SPEC experimentell ermittelte  $\{111\}$  Polfigur eine drastisch stärkere Regelung aufweist (14,8 MRD) als die an TEX2 gemessene Polfigur, bei welcher eine maximale Regelung von 10,5 MRD ermittelt wurde. Dies ist auf zwei Faktoren zurückzuführen. Einerseits ist das Polfigurfenster des Ge  $\{311\}$  Monochromators kleiner als das des Cu  $\{111\}$  Monochromator von TEX2 (siehe Abschnitt 4.2.2) und andererseits wurde bei der STRESS-SPEC Messung nur die  $\beta$  Auflösung der Polfigur (entlang eines Breitengrades) mit einem diskret  $5^\circ$  Raster durchgeführt. Die  $\alpha$  Auflösung hingegen wurde kontinuierlich erfasst, da der Flächendetektor an STRESS-SPEC den gestreuten Debye-Scherrer-Kegel kontinuierlich abbildet. Aufgrund dessen wurden bei der STRESS-SPEC Messung alle Körner entlang eines diskreten Längengrades detektiert. Informationen zur genauen Berechnung sind in dem Abschnitt 5.1.2 zu finden. Zu beachten ist auch, dass diese vereinfachte Darstellung nur bei der Bedingung  $\theta = \omega$  gilt. Ansonsten ist die Transformation der Proben- und Beugungswinkel in die Polfigurwinkel komplexer (siehe Gleichungen ( 5.10 ) - ( 5.15 )).

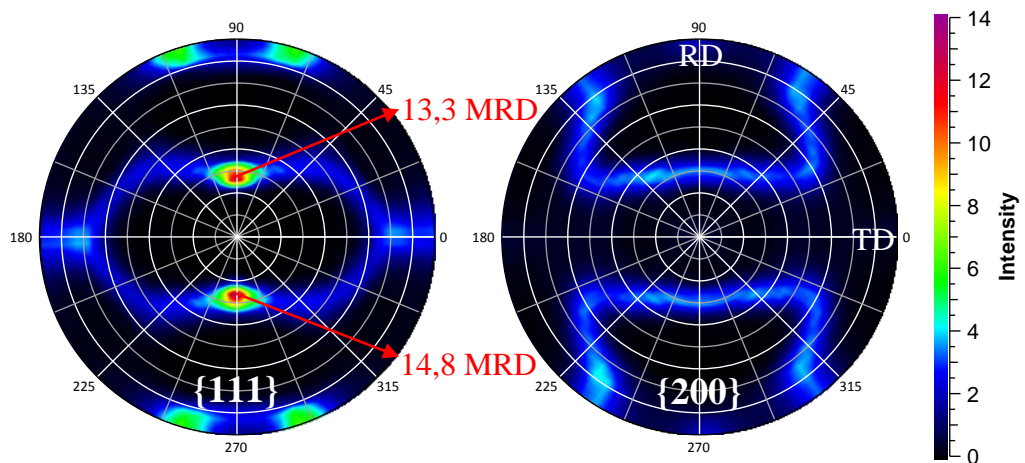
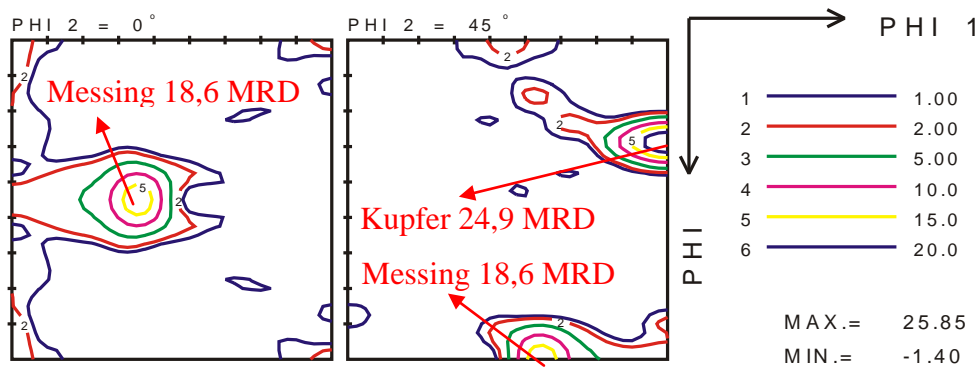


Abbildung 4.9: Experimentelle Polfiguren der an STRESS-SPEC 2008 gemessenen Al7020 Standardprobe (Darstellung in MRD).

Die Bestimmung der OVF aus diesen beiden experimentellen Polfiguren erfolgte nach derselben Methode und mit denselben Parametern wie bei der Analyse der Daten von TEX2, um eine möglichst gute Vergleichbarkeit der Texturkomponenten zu ermöglichen. Die  $RP_{0,2}$  Fehler zwischen den experimentellen Polfiguren von STRESS-SPEC und den zurückgerechneten Polfiguren entsprechen mit 7,29% für die {111} und 8,72% für die {200} Polfigur etwa den Fehlerwerten der TEX2 Messung. Dies zeigt, dass die gefundene mathematische Lösung für die STRESS-SPEC Daten eine vergleichbare Güte hat wie die Lösungen der TEX2 Untersuchungen. Die beiden aussagekräftigsten OVF-Schnitte der STRESS-SPEC Messung sind in Abbildung 4.10 dargestellt.



**Abbildung 4.10: OVF-Schnitte der Al7020 Standardprobe diskret gemessen an STRESS-SPEC 2008, Darstellung in MRD.**

Die Tabelle 4.4 zeigt eindeutig, dass die beiden Deformationskomponenten (Kupferlage und Taylorlage) bei der Messung an STRESS-SPEC besser aufgelöst werden konnten als bei den TEX2 Untersuchungen, was auf die bessere Auflösung der Polfigur der {111} Netzebene zurückzuführen ist (siehe Abbildung 4.2 und Abbildung 4.9). Dies lässt darauf schließen, dass entweder bei der Messung an TEX2 um das wahre Maximum der {111} Polfigur herumgemessen wurde (nur bei einer diskreten Messung möglich) oder, dass das Polfigurfenster des Cu {111} Monochromator an TEX2 zu groß ist um die wahre Regelschärfe der Polfigur auflösen zu können.

**Tabelle 4.4: Vergleich der Ideallagen der gewalzten Al7020 Probe zwischen Messungen an TEX2 und der diskreten Standardmessung an STRESS-SPEC.**

$\phi_1$	$\Phi$	$\phi_2$	Komponente	TEX2 in MRD	STRESS- SPEC in MRD
35°	45°	0°	(110) [-112] Messing	19,5	18,6
90°	30°	45°	(112) [11-1] Kupfer	15,4	24,9
40°	70°	20°	(4 4 11) [11 11 -8] Taylor	16	25,3
55°	35°	70°	(123) [63-4] S	18,8	20,8
90°	90°	45°	(110) [001] Goss	1	3,4

Eine Frage stellt sich bei den an STRESS-SPEC gemessenen Daten. Konnte die wahre Texturschärfe der gewalzten Al7020 Probe bereits nachgewiesen werden oder verhindert die limitierte Auflösung eine präzise Bestimmung der realen Textur?

#### 4.2.2 Polfigurfenster

Die durch die Instrumentauflösungsfunktion beeinflusste Polfigurfenstergröße ist ein entscheidender Parameter für Polfigurmessungen. Dieses Polfigurfenster wird, wie bei Moras beschrieben (Moras et al., 2000), in den Polfigurwinkel  $\alpha$  und  $\beta$  angegeben. Dabei entspricht der  $\alpha$  Winkel dem Breitengrad auf der Polkugel und setzt sich aus dem Probenkippwinkel  $\chi$  und dem Brechungswinkel  $\gamma$  zusammen, während der  $\beta$  Winkel dem Längengrad entspricht und sich aus der Probenrotation  $\phi$  ergibt. Die Polfigurfenstergröße  $\beta$  variiert in Abhängigkeit von  $\alpha$ .

$$\Delta\beta = \Delta\beta_{equator} \cdot \frac{1}{\sin(\alpha)} \quad (4.2)$$

An STRESS-SPEC wurde die Instrumentauflösung für den bei Texturuntersuchungen am häufigsten verwendeten Ge {311} Monochromator im Rahmen dieser Arbeit bestimmt. Gemessen wurde dabei das Polfigurfenster unter Verwendung eines Si Einkristalls bei zwei exemplarischen Wellenlängen. Der vertikale Focus des Ge {311} Monochromators wurde dabei zwischen den Extremwerten variiert. Die Tabelle 4.5 zeigt die Ergebnisse der exemplarischen Polfigurfenstermessungen, wobei das Polfigurfenster für den Äquator angegeben ist. Da alle Messungen mit einem {400} Si Reflex des Einkristalls durchgeführt wurden, ergeben sich für die unterschiedlichen Wellenlängen verschiedene  $2\theta$  Detektorwinkel. Es ist zu erkennen, dass sich der vertikale Focus nur auf  $\Delta\alpha$  auswirkt. Dieser Effekt wird auch in Abbildung 4.11 verdeutlicht. Der  $\beta$  Winkel des Polfigurfensters ändert sich hierbei in Abhängigkeit von  $\alpha$  nach Gleichung (4.2).

**Tabelle 4.5: Polfigurfenster für verschiedene STRESS-SPEC Konfigurationen des für Texturuntersuchungen häufig verwendeten Ge {311} Monochromators.**

Monochromator	Wellenlänge, Å	vertikale Divergenz	$2\theta_{\text{Det}}$ , °	$\Delta\alpha$ , °	$\Delta\beta_{\text{Äquator}}$ , °
Ge {311}	1.22Å	bis zu $\pm 2^\circ$	55°	2.32°	0,34°
Ge {311}	1.22Å	kein Focus	55°	1,2°	0,36°
Ge {311}	1.76Å	bis zu $\pm 2^\circ$	82°	1,68°	0,35°
Ge {311}	1.76Å	kein Focus	82°	0,74°	0,34°

Die Variation des Polfigurfensters an STRESS-SPEC durch Fokussierung des Monochromators kann genutzt werden, um die Instrumentauflösung an die zu untersuchende Probe anzupassen. So kann zum Beispiel das Polfigurfenster an die Korngröße angepasst werden, um für eine diskrete Probenorientierung mit mehr Körnern die Beugungsbedingung zu vollziehen. Die Kornstatistik lässt sich bei grobkörnigen Proben auf diese Weise verbessern.

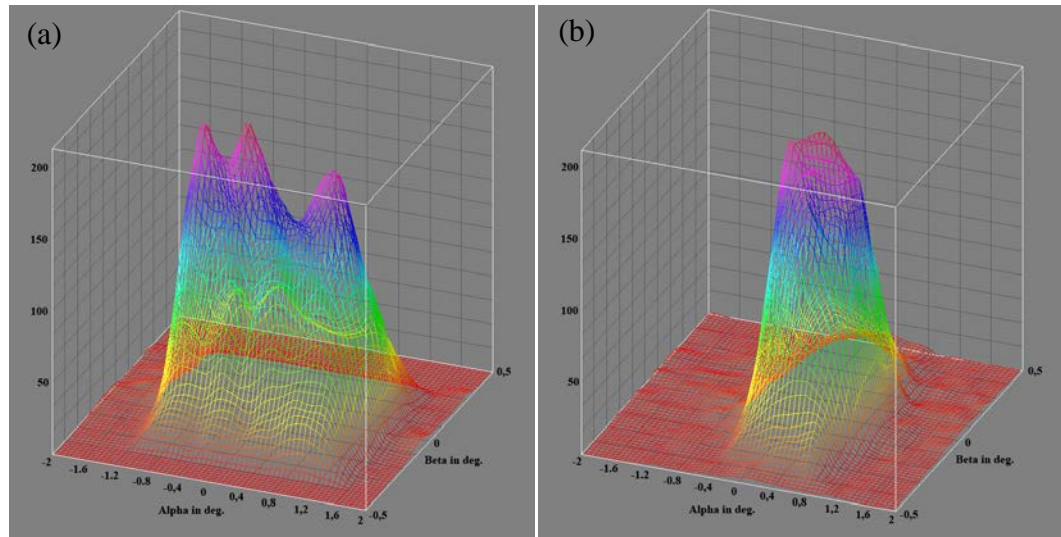


Abbildung 4.11: Polfigurfenster des Ge {311} Monochromators mit  $1,22\text{\AA}$ . Links ist das Polfigurfenster mit vollem vertikalen Monochromatorfokus zu sehen und Rechts stand der Monochromator flach im Strahl.





## 5 Weiterentwicklungen an STRESS-SPEC

Für die zerstörungsfreie Untersuchung von Texturgradienten am Neutronendiffraktometer STRESS-SPEC mussten im Rahmen dieser Arbeit verschiedene Weiterentwicklungen durchgeführt werden. Diese Entwicklungen lassen sich in zwei Hauptbereiche unterteilen. Ersterer bezieht sich auf die Messmethodik bzw. die Korrektur und Aufbereitung der Daten und führte zur Entwicklung von verschiedenen Softwarewerkzeugen. Der zweite Bereich beinhaltet die Probenpositionsmanipulation und die Definition des Beugungsvolumens. Er zieht Änderungen an der Instrumenthardware nach sich. Dieses Kapitel dokumentiert die im Einzelnen vorgenommenen Weiterentwicklungen und belegt die erzielten Verbesserungen der einzelnen Schritte durch Vergleichsmessungen.

### 5.1 Softwareentwicklung im Bereich Datenanalyse

Um den Nutzern der Neutronendiffraktometer STRESS-SPEC und E3 sowie der Synchrotrondiffraktometer BW5 und HARWI-II (später auch HEMS) ein einheitliches, leicht zu bedienendes Werkzeug zur Verfügung zu stellen, wurden drei Softwarepakete entwickelt. Kern dieser Pakete ist eine in C++ geschriebene mathematische Bibliothek, welche Funktionen zur Aufbereitung der 2D Flächendetektor Histogrammdata beinhaltet. Diese "PoleFigureCalculator" genannte Bibliothek wird von den Programmen "STeCa" (StressTexCalculator) und "CarViewer" verwendet (Randau et al., 2011), welche zur Datenanalyse und zur Online-Visualisierung der STRESS-SPEC Detektordaten entwickelt wurden. Die Datenanalysesoftware "STeCa" nutzt den vollen Funktionsumfang von "PoleFigureCalculator" und ist lediglich eine Anwendung mit grafische Benutzeroberfläche (GUI) dieser Bibliothek. Der Funktionsumfang von "PoleFigureCalculator" wird deshalb auf den folgenden Seiten anhand des Programms "STeCa" beschrieben. "STeCa" und "CarViewer" wurden unter Verwendung des plattformunabhängigen Frameworks QT entwickelt und sind dadurch auf den gängigen Systemen (Windows, Linux sowie Mac) übersetzbar. Mit der Windows Version kann eine große Nutzergemeinde erreicht werden. Gleichzeitig wird so gewährleistet, dass die Programme auf den mit Linux arbeitenden Instrument-

rechnern installiert und genutzt werden können. Speziell für die Online-Visualisierung ist dies zwingend notwendig. Die Datenanalysesoftware "STeCa" zählt mittlerweile zu den Standardwerkzeugen an den oben genannten Instrumenten (Stand Ende 2010). Außerdem ist anzumerken, dass die Online-Visualisierungsanwendung an STRESS-SPEC sehr erfolgreich eingesetzt wird.

### 5.1.1 Die Entwicklung der Softwarewerkzeuge zur Datenanalyse

Zu Beginn der Arbeit im Jahr 2008, standen an STRESS-SPEC lediglich zwei Werkzeuge für Datenanalyse zur Verfügung. Eines davon, die Software TvTueb diente der Vorauswertung von Eigenspannungsmessdaten und wurde an der Universität Tübingen in Zusammenarbeit mit dem HZB (Helmholtz-Zentrum Berlin vormals HMI) von Rainer Schneider entwickelt. Dieses Programm berechnet aus den 2D Histogrammen eindimensionale Diffraktogramme. Anschließend ermöglicht die Software die automatische Annäherung von Funktionsparametern an den dominanten  $\{hkl\}$  Reflex des Diffraktogramms. Dieser Prozess der Annäherung wird im Folgenden immer als fitting bezeichnet. Die für die Eigenspannungsanalyse relevanten Reflexpositionsinformationen des intensitätsstärksten Reflexes konnten auf diese Weise automatisch ermittelt werden. In zweierlei Hinsicht ist die besagte Software jedoch limitiert. Zum einen war die Auflösung der Eingangsdaten nicht veränderbar und zum anderen konnten nicht mehrere Reflexe ausgewertet werden. Ideen diese Software als Grundlage für die Polfigurberechnung zu verwenden, erwies sich als nicht umsetzbar. Zu diesem Zweck existierte eine weitere Applikation namens "StressTex", ein speziell an das Diffraktometer STRESS-SPEC angepasstes Derivat von "2DiffCalc" (Garbe, 2009). Mit dieser Anwendung konnten zwar Polfiguren berechnet werden, sie war aber lediglich in der Lage 2D Histogrammdata mit einer festen Auflösung zu verarbeiten. Versuche die interne Speicherstruktur zu erweitern und 2D Daten mit höherer Auflösung zu verarbeiten, führten zu einer exorbitanten Erhöhung der Rechenzeit.

Aufgrund dieser gravierenden Limitierungen der existierenden Applikationen und der Tatsache, dass eine Integration von Korrekturparametern nicht ohne

erheblichen Arbeitsaufwand möglich gewesen wäre, ergab sich die Notwendigkeit eine neue Datenanalysesoftware bereit zu stellen. Um diesen Anforderungen zu entsprechen wurde die Datenanalysebibliothek "PoleFigureCalculator" entwickelt.

### 5.1.2 Funktionsumfang der Datenanalysesoftware

Die Datenanalyse untergliedert sich in mehrere Teilschritte. Zunächst wird ein Datenfeld mit Winkelinformationen erstellt in welchem für jeden Pixel des Detektorbildes die Streuwinkel  $2\theta$  und  $\gamma$  gespeichert werden. Hierbei entspricht  $\theta$  dem Öffnungswinkel des Beugungskegels und  $\gamma$  dem Rotationswinkel des Kegels, siehe Abbildung 2.4 und Abbildung 2.5. Anschließend werden unter Verwendung dieser Winkelinformationen Diffraktogramme erstellt, wobei alle Pixel eines  $\Delta\theta$  Intervalls integriert und als Stützstelle im Diffraktogramm gespeichert werden. An diesen Diffraktogrammen lassen sich nun weitere Korrekturen durchführen. Beispielsweise ist es möglich den Untergrund automatisch zu korrigieren, sowie die Daten gegen einen gemessenen Monitor oder die Detektierzeit zu normieren. Des Weiteren können zusätzliche Korrekturparameter eingepflegt werden. Anschließend könne die  $\{hkl\}$  Reflexe dieser Diffraktogramme automatisch gefittet werden. So ermittelten Fittparameter (integrale Intensität, Peak Position und Halbwertsbreite) könne als Diagramm dargestellt und anschließend in ASCII-II Listdateien ausgegeben werden. Die Intensitätsinformationen einer Polfigurmessung lassen sich außerdem automatisch in ein äquidistantes Polfigurraster interpolieren. Diese interpolierten Daten können anschließend direkt als Polfigurrasterdatei gespeichert werden. Auf den folgenden Seiten werden die einzelnen Analyseschritte und alle möglichen Optionen die "STeCa" bietet detailliert erläutert.

#### Berechnung der Winkelinformationen für jeden Detektorpixel

Die Winkelinformationen jedes diskreten Detektorpixels können nicht trivial bestimmt werden, da bei Neutronendiffraktion wie Beispielsweise am STRESS-SPEC und E3 der Flächendetektor den Debye-Scherrer Kegel seitlich schneidet. Aufgrund dessen kommt es zu einem Verzerrungseffekt (siehe Abschnitt 2.2.3) im Detektorbild. Bei Synchrotron basierten Diffraktometern steht der Flächen-

detektor hingegen im rechten Winkel zum Primärstrahl in Transmission. Somit schneidet der Flächendetektor den komplette Debye-Scherrer Kegel. Es können deshalb ganze Ringe detektiert werden an welchen die Winkel  $\theta$  und  $\gamma$  direkt ablesbar sind. Da die mathematische Bibliothek "PoleFigureCalculator" keine speziellen Detektorpositionen voraussetzt, werden die Winkel bei diesen Datensätzen exakt nach dem gleichen Verfahren berechnet. Um jedoch den Rechenaufwand zu minimieren wird dieses Winkelinformationsdatenfeld nur einmal erstellt. Sollte während einer Messung ein für dieses Datenfeld relevanter Parameter variieren (z.B. der Winkel  $2\theta$  oder der Abstand Probe - Detektor) so kann im Programm auch für jedes Detektorbild dieses Winkeldatenfeld automatisch neu erstellt werden.

*Folgende Parameter sind für die Berechnung bekannt:*

$$\theta_{(0,0)} \Rightarrow \theta \text{ angle of the detector center}$$

$$D_{(0,0)} \Rightarrow \text{distance between sample and detector center}$$

Anhand dieser Werte kann der Abstand zwischen einem Pixel  $D_{(x,y)}$  und der Probe ermittelt werden. Zuerst muss der Abstand zwischen dem Detektormittelpunkt und dem relevanten Pixel nach Gleichung ( 5.1 ) berechnet werden. Anschließend lässt sich nach Gleichung ( 5.2 ) der Abstand  $D_{(x,y)}$  bestimmen.

$$z = \sqrt{x^2 + y^2} \quad ( 5.1 )$$

$$D_{(x,y)} = \sqrt{D_{(0,0)}^2 + z^2} \quad ( 5.2 )$$

### *Nebenbedingungen:*

Sämtliche Pixel mit demselben  $x$  Wert des Detektorbildes entsprechen Beugungskegeln mit derselben Kegelhöhe. Lediglich die Öffnungswinkeln  $\theta$  sind verschieden. Der  $\theta$  Winkel eines Pixels auf dem Meridian ( $y=0$ ) ist nach Gleichung ( 5.3 ) zu berechnen. Der  $\gamma$  Winkel für diese Meridian Pixel ist bekannt ( $\gamma=0$ ). Deshalb kann die Höhe des Debye-Scherrer Kegels für diese Pixel nach Gleichung ( 5.4 ) berechnet werden.

$$\theta_{(x,0)} = \theta_{(0,0)} + \arctan\left(\frac{x}{D_{(0,0)}}\right) \quad (5.3)$$

$$h = D_{(x,0)} \cos(\theta_{(x,0)}) \quad (5.4)$$

Die Höhe des Kegels  $h$  und der Abstand  $D_{(x,y)}$  ermöglichen es, für jeden Pixel des Detektorbildes  $\theta$  zu berechnen (siehe Gleichung ( 5.5 )). Anschließend kann nach Gleichung ( 5.6 ) der Radius des Kegels für jeden Pixel ermittelt und mithilfe dieses Radius der  $\gamma$  Winkel nach Gleichung ( 5.7 ) bestimmt werden.

$$\theta_{(x,y)} = \arccos\left(\frac{h}{D_{(x,y)}}\right) \quad (5.5)$$

$$r_{(x,y)} = \sqrt{D_{(x,y)}^2 - h^2} \quad (5.6)$$

$$\gamma_{(x,y)} = \arcsin\left(\frac{y}{r_{(x,y)}}\right) \quad (5.7)$$

### **Erstellen der Diffraktionsdiagramme**

Mithilfe der Winkeldaten lassen sich Diffraktionsdiagramme erstellen. Dazu werden alle Pixel entlang eines diskreten  $\Delta\theta$  Winkels aufintegriert. Aufgrund der Detektorposition und des damit verbundenen seitlichen Schnitts der Detektorebene mit dem Debye-Scherrer Kegels kommt es zu folgendem Effekt:

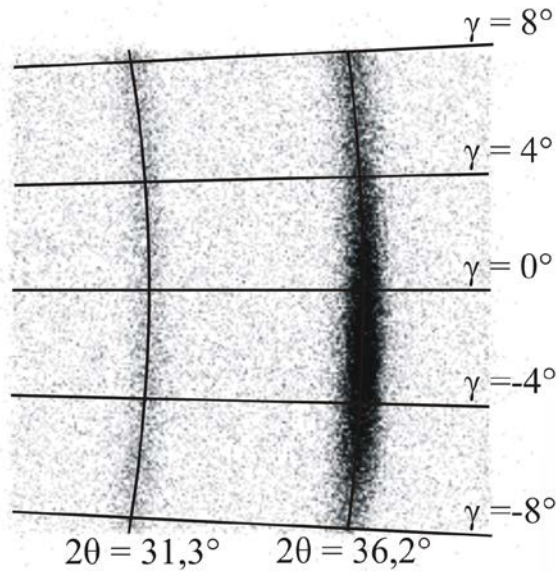
Die Bereiche des Detektors die kleinere  $\theta$  Winkel darstellen, bilden gleichzeitig einen größeren Bereich in  $\gamma$  ab (siehe Abbildung 5.1). Jeder Pixel bildet dem-

entsprechend einen unterschiedlich großen  $\Delta\gamma$  Bereich ab. Bei der Erstellung eines Diffraktionsdiagrammes ist dieser Effekt zu korrigieren. Dazu werden die Intensitäten des Diffraktionsdiagramms anschließend gegen die Anzahl der integrierten Pixel je Stützstelle des Diagramms normiert (siehe Gleichung ( 5.8 )).

$$\Theta(\theta, \gamma) = \begin{cases} 0 \\ 1 \end{cases} \quad \text{for} \begin{cases} \theta < \Delta\theta_{\min} \ \& \ \theta > \Delta\theta_{\max} \\ \theta \geq \Delta\theta_{\min} \ \& \ \theta \leq \Delta\theta_{\max} \end{cases}$$

$$g(\theta) = \frac{\sum_1^N \Theta(\theta, \gamma) \cdot \text{Pixel}(\theta, \gamma)}{\sum_1^N \Theta(\theta, \gamma)} \quad N \Rightarrow \text{Number of Pixel}$$

$$f(\theta) = g(\theta) \cdot \sum_1^I \frac{\sum_1^N \Theta(\theta, \gamma)}{I} \quad (5.8)$$



**Abbildung 5.1:** Detektorbild aufgenommen an STRESS-SPEC bei einer Detektorposition von  $2\theta=32^\circ$ .

Es werden drei verschiedene Möglichkeiten zur Berechnung ein Diffraktionsdiagrammes von "STeCa" bereitgestellt. Die erste Option ermöglicht es, alle Pixel eines Detektorbildes in Abhängigkeit von  $\Delta\theta$  zu integrieren. Auf diese Weise entsteht ein Diagramm, welches einem gesamten Detektorbild entspricht. Diese Option wird häufig für die Eigenspannungsanalyse verwendet, da sie die Bestimmung der Peakposition mit optimaler Statistik ermöglicht. Die zweite Option erlaubt es Detektorbilder in einzelne  $\Delta\gamma$  Segmente zu zerlegen und anschließend über diese Segmente zu integrieren. So können mehrere Diffraktionsdiagramme für ein Detektorbild erstellt werden, welche verschiedenen  $\Delta\gamma$  Bereichen mit gleicher Größe entsprechen. Diese  $\Delta\gamma$  Bereiche bilden die Grundlage für die spätere Polfigurberechnung, weshalb ihre Größe mit der späteren Polfigurauflösung übereinstimmen sollte. Neben der Polfigurbestimmung kann diese Option auch eingesetzt werden um für die Eigenspannungsbestimmung den Raumwinkel, über welchen gemittelt wird, zu reduzieren. Eine dritte Alternative bietet die Möglichkeit der Integration aller Pixel eines  $\Delta\theta$  Intervalls über n Detektorbilder. Mit dieser Option kann ein Diffraktionsdiagramm über alle Datensätze einer kompletten Texturmessung erstellt werden. Durch die Mittelung über alle gemessenen Orientierungen entspricht ein solches Diffraktogramm näherungsweise einem regellosen Diffraktionsdiagramm. Für den Fall, dass alle Körner der Probe mit gleicher Messzeit erfasst wurden, entspricht es exakt einem regellosen Diffraktogramm.

### **Einfluss der $\Delta\gamma$ Segmentgröße auf die Größe des Polfigurfensters**

Bei der Verwendung von Flächendetektoren hat die Segmentierung eines Flächendetektorhistogramms Einfluss auf die Polfigurfenstergröße. Durch die Integration aller Pixel innerhalb eines Segmentes werden alle Körner zusammengefasst, welche in diesem Orientierungsbereich liegen. Dadurch vergrößert sich die Polfigurfenstergröße um die Segmentgröße  $\Delta\gamma$ . Die effektive Polfigurfenstergröße einer Polfigurmessung mit einem Flächendetektor ergibt sich in  $\alpha$  Richtung demnach aus der Polfigurfenstergröße des Instruments (siehe Abschnitt 4.2.2) und der Polfigurfenstergröße welche sich wiederum aus der Segmentgröße ergibt.

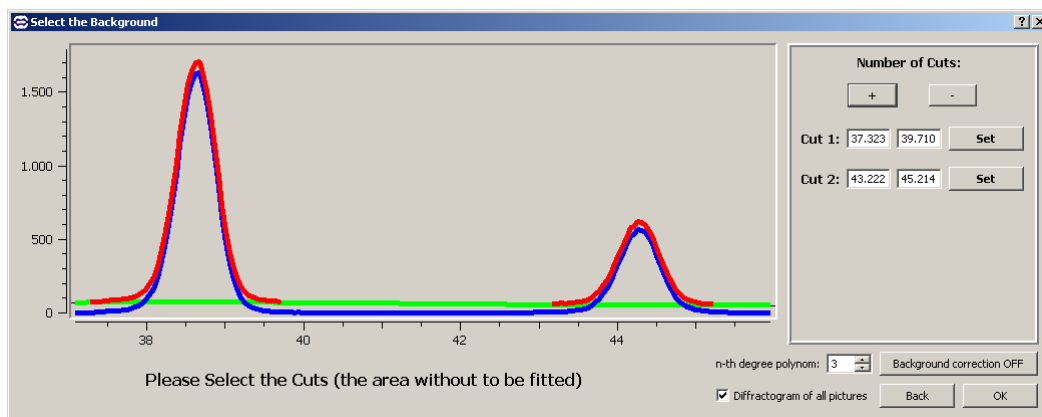
$$\Delta\alpha_{\text{effektiv}} = \Delta\alpha_{\text{Instrument}} + \Delta\alpha_{\text{Segment}} \mid \theta = \omega \quad (5.9)$$

Im Falle  $\theta=\omega$  entspricht  $\Delta\alpha_{\text{Segment}}=\Delta\gamma$ . Die genaue Berechnung von  $\Delta\alpha_{\text{Segment}}$ , wenn  $\theta\neq\omega$  ist, kann den Gleichungen ( 5.10 ) bis ( 5.15 ) entnommen werden.

Die Datenanalysesoftware "STeCa" wählt die Segmentgröße automatisch passend zur Rastergröße der zu berechnenden Polfigur (siehe Abbildung 5.1). Aufgrund dessen entspricht die Polfigurauflösung  $\Delta\alpha_{\text{effektiv}}$  einer mit "STeCa" berechneten Polfigur mindestens der  $\alpha$ -Rasterschrittweite der Polfigur.

### Untergrundgrundkorrektur der Diffraktogramme

Um die Untergrundgrundkorrektur der berechneten Diffraktogramme durchzuführen müssen die Bereiche welche keine konstruktive Interferenz aufweisen ermittelt werden. An die Stützstellen dieser Bereiche außerhalb der Bragg-Reflexe wird eine polynomiale Funktion approximiert. Anhand dieser Untergrundfunktion wird automatisch der Untergrund berechnet und mit diesem das gesamte Diffraktogramm korrigiert.



**Abbildung 5.2: Programmfenster zur Untergrundkorrektur der Software "STeCa". Die rot dargestellten Bereiche sind die für die Untergrundapproximation nicht verwendeten Bereiche. Die grüne Kurve ist die approximierte Untergrundkurve und die blaue Kurve ist das korrigierte Diffraktogramm.**



### Peakanalyse

An den Untergrundkorrigierten Diffraktogrammen lässt sich eine automatische Peak-Profil Analyse durchführen. Da die konstruktiv überlagerten Intensitäten eines Bragg-Reflexes normal verteilt sind, kann jeder Bragg-Reflex des korrigierten Diffraktogramms durch eine Gaußfunktion beschrieben werden. "STeCa" ist in der Lage  $n$  Reflexe automatisch nach der Methode der kleinsten Quadrate zu approximieren und so die Gaußparameter zu bestimmen. Anschließend können diese approximierten Parameter, in Abhängigkeit eines weiteren Parameters (z.B. der Achse  $x$ ), als Diagramm dargestellt werden. Es besteht auch die Option in Hinblick auf eine weitere Bearbeitung die Ergebnisse in Tabellenform (als ASCII-II Tabelle) zu speichern.

Des Weiteren ist es möglich die gefitteten Intensitäten nach Messzeit bzw. nach Monitordaten zu normieren. So können Schwankungen der Primärstrahlintensität ausgeglichen oder unterschiedliche Belichtungszeiten kompensiert werden.

### Berechnung der Polfigurwinkel $\alpha$ und $\beta$

Um die gemessenen Intensitäten als Orientierungsverteilung eines  $\{hkl\}$  Reflexes darstellen zu können, müssen die Probenorientierungen und die Netzebenenorientierungen in Polfigurwinkel transformiert werden. Diese Transformation kann als zusammengesetzte Rotation der Probenorientierung und der Netzebenenorientierung beschrieben werden. Definiert ist die Probenorientierung in Eulerwinkeln mit der Konvention  $(Z, Y', Z'')$ , während die Orientierung des Normalenvektors der Netzebenen nur mit  $(Z, Y')$  beschrieben wird (siehe Kapitel 2.2.1).

*Alle Winkel stehen orthogonal zueinander daher gilt:*

$$R^{-1} = \overline{R}$$

Die unrotierte Probe ist durch den Vektor  $g$  beschrieben,  $g$  ist definiert als

$$g = \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}. \quad (5.10)$$

Die Probenrotationen sind in Eulerwinkeln nach der Konvention ( $Z \Rightarrow \omega$ ,  $Y' \Rightarrow \chi$ ,  $Z'' \Rightarrow \varphi$ ) angegeben und müssen in der Reihenfolge ( $g \Rightarrow -\omega \Rightarrow -\chi \Rightarrow -\varphi$ ) durchgeführt werden.

$$R_{(\omega)} = \begin{pmatrix} \cos(\omega) & -\sin(\omega) & 0 \\ \sin(\omega) & \cos(\omega) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad R_{(\chi)} = \begin{pmatrix} \cos(\chi) & 0 & \sin(\chi) \\ 0 & 1 & 0 \\ -\sin(\chi) & 0 & \cos(\chi) \end{pmatrix}$$

$$R_{(\varphi)} = \begin{pmatrix} \cos(\varphi) & -\sin(\varphi) & 0 \\ \sin(\varphi) & \cos(\varphi) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

$$g'_{Probe} = R_{(\varphi)} \cdot R_{(\chi)} \cdot R_{(\omega)} \cdot g \quad (5.11)$$

Der Normalenvektor der Netzebene wird durch die Winkel  $\theta$  (Rotation um Z) und  $\gamma$  (Rotation Y) beschrieben:

$$R_{(\theta)} = \begin{pmatrix} \cos(\theta) & -\sin(\theta) & 0 \\ \sin(\theta) & \cos(\theta) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad R_{(\gamma)} = \begin{pmatrix} \cos(\gamma) & 0 & \sin(\gamma) \\ 0 & 1 & 0 \\ -\sin(\gamma) & 0 & \cos(\gamma) \end{pmatrix}$$

Zur Zurückführung der Orientierungen des Normalenvektors der Netzebenen auf die Probenorientierung müssen die Rotationen, welche die Netzebenenorientierung beschreiben, gegen den Uhrzeigersinn durchgeführt werden.

$$g'_{Netzebene} = \overline{R}_{(\gamma)} \cdot \overline{R}_{(\theta)} \cdot g \quad (5.12)$$

Die komplette Rotation kann geschrieben werden als

$$g'' = R_{(\varphi)} \cdot R_{(\chi)} \cdot R_{(\omega)} \cdot \bar{R}_{(\gamma)} \cdot \bar{R}_{(\theta)} \cdot g \quad (5.13)$$

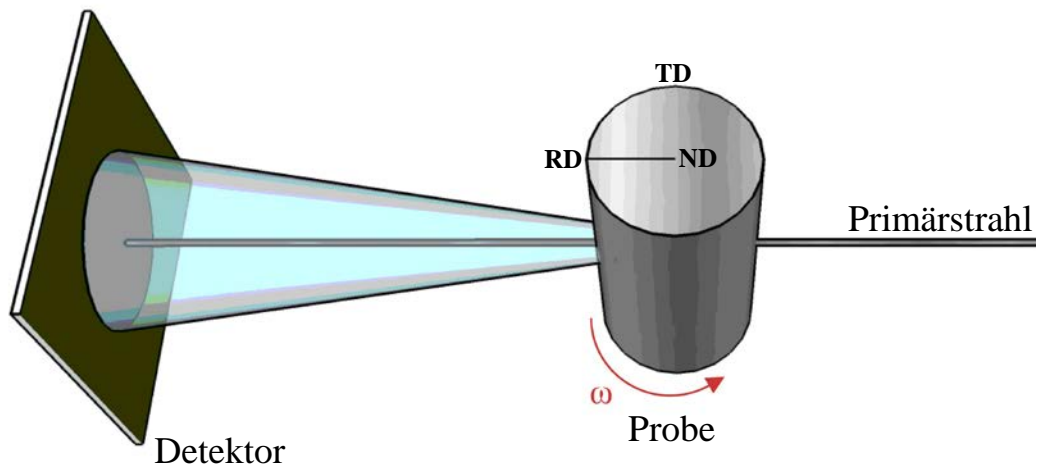
Die Polfigurwinkel  $\alpha$  und  $\beta$  können direkt aus der Orientierung  $g''$  berechnet werden:

$$\alpha = \arccos(g''_z) \quad (5.14)$$

$$\beta = \arctan\left(\frac{g''_y}{g''_x}\right) \quad (5.15)$$

### Walzrichtungskorrektur und Darstellung mit PfPlot

Folgender Abschnitt erschließt den Zusammenhang zwischen Proben- bzw. Netzebenenorientierung und den Polfigurwinkeln. Da bei Synchrotron-diffraktionsexperimenten mit Flächendetektoren der gesamte Ring eines Debye-Scherrer Kegel dargestellt werden kann (siehe Abbildung 2.5), entfällt aufgrund dessen die Notwendigkeit eine Probe während der Messung zu kippen. Deshalb eignet sich diese Art der Polfigurmessung besonders zur Visualisierung der Transformation von Probenwinkel in Polfigurwinkel.



**Abbildung 5.3:** Schematische Darstellung eines Synchrotrondiffraktionsexperiments mit Flächendetektor. Die Probe ist bei  $\omega=0^\circ$  dargestellt.

Die Abbildung 5.3 stellt schematisch eine diskrete Probenposition ( $\omega=0^\circ$ ) einer Polfigurmessung an einem Synchrotrondiffraktometer dar. Da während der

gesamten Polfigurmessung der Kippwinkel  $\chi=0^\circ$  ist, entspricht der Rotationswinkel  $\omega$  dem Rotationswinkel  $\varphi$ . Im Folgenden wird daher der Winkel  $\omega$  zur Beschreibung der Probenrotation verwendet. Dies entspricht der Nomenklatur der meisten Synchrotrondiffraktometer ohne Eulerwiege. Bei der Berechnung der Polfigurwinkel nach Gleichung ( 5.13 ), welche hier mit  $\omega$  bezeichnet sind, ist zu beachten, dass die Rotation der Probe bei der  $\varphi$  Rotationsmatrix angegeben werden muss. Trifft dies nicht zu würde die Rotation der Probe in falscher Reihenfolge bezüglich der Rotation der Netzebene durchgeführt werden.

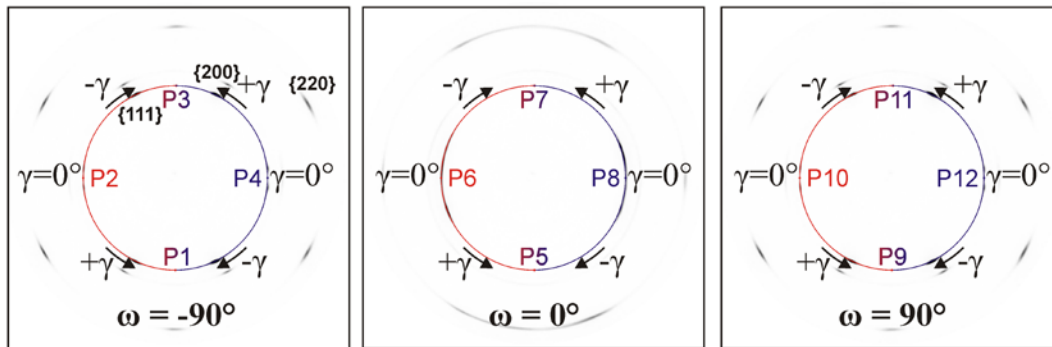


Abbildung 5.4: Detektorbilder der Al7020 Probe aufgenommen an HARWI-II (2008).

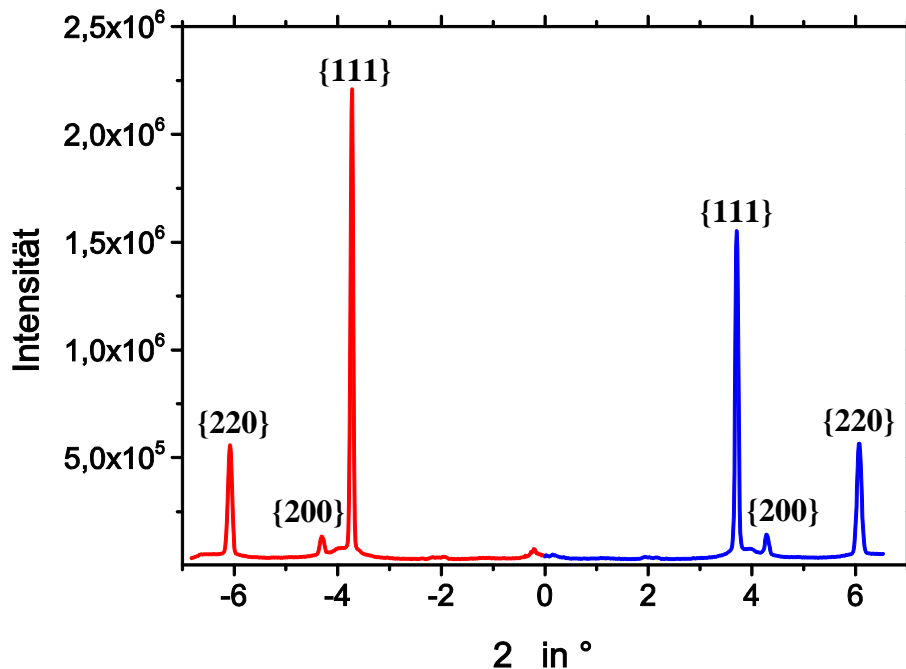


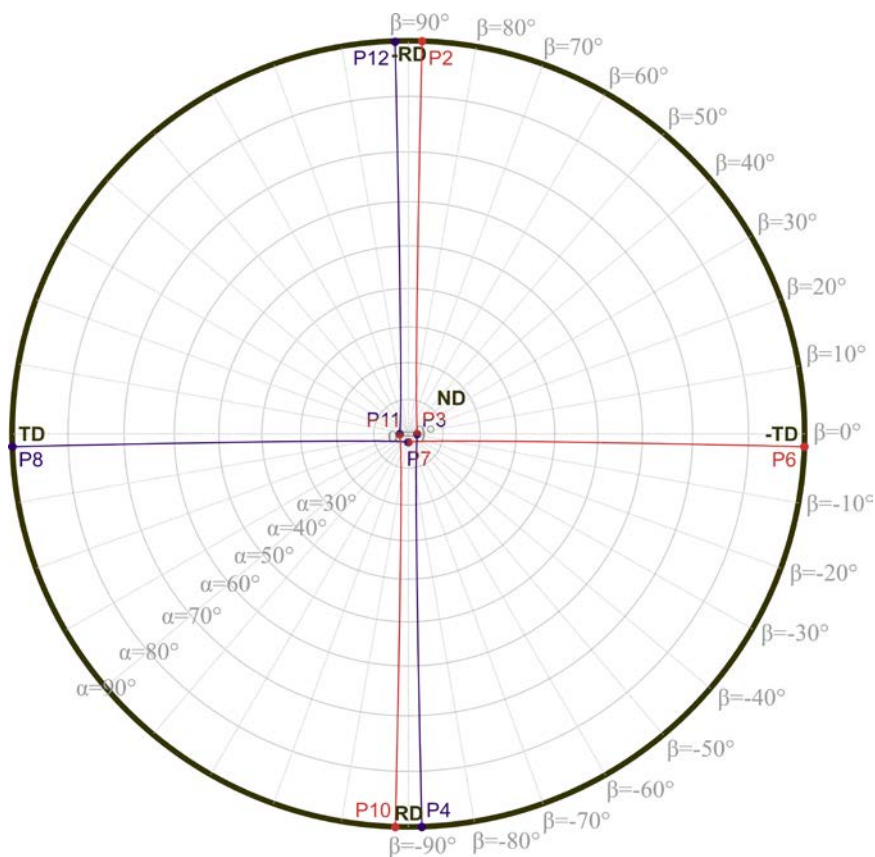
Abbildung 5.5: Summendiffraktogramm des Detektorbildes  $\omega=0^\circ$  der Al7020 Messung an HARWI-II.

Abbildung 5.4 zeigt für drei unterschiedliche Probenorientierungen ein Flächendetektorhistogramm. Der Rotationssinn von  $\omega$  ist der Abbildung 5.3 zu entnehmen. In diesem Beispiel sind die Flächendetektordaten mit Blickrichtung von der Probe dargestellt. Die Blickrichtung der detektierten Datensätze kann von Instrument zu Instrument unterschiedlich sein. Sollten die Datensätze mit umgekehrter Blickrichtung gespeichert worden sein, können die Detektorhistogramme mit der Auswertesoftware "STeCa" gespiegelt werden.

In Abbildung 5.5 stellt exemplarisch ein Diffraktogramm des Histogramms bei  $\omega=0^\circ$  dar. Die Winkelkonvention wurde so gewählt, dass  $2\theta$  negative Werte annehmen kann. Dies hat zur Folge, dass der Rotationssinn von  $\gamma$  bei negativen  $2\theta$  Werten umgekehrt werden muss (siehe Abbildung 5.4). Die Bereiche mit negativen  $2\theta$  Werten sind in sämtlichen Abbildungen rot dargestellt. Sie entsprechen in "STeCa" der linken Hälfte des Histogramms, während die rechte, blau dargestellte, Hälfte positiven  $2\theta$  Werten entspricht. Im gewählten Beispiel entspricht die Position eines Punktes auf einem Debye-Scherrer Kegel an der Stelle  $-2\theta$  und  $\gamma=0^\circ$ , für die Probenposition  $\omega=0^\circ$  (Punkt 6 in Abbildung 5.4) ca. der Probenorientierung -TD (siehe Abbildung 5.3). Punkt 8 aus Abbildung 5.4, in blau dargestellt, entspricht hingegen ca. +TD (siehe Abbildung 5.3). Zu beachten ist hierbei, dass nicht die Orientierung der Ebenen sondern die Orientierungen der Normalenvektoren der Netzebenen in die Polfigur eingetragen werden. Daher ergibt sich ein Winkeloffset für  $\beta$  von  $-90^\circ$ , der durch eine Rotation der Polfigur um ihren Pol korrigiert werden muss. Solch eine Rotation wird im Allgemeinen als Walzrichtungskorrektur bezeichnet. Durch die Darstellung mit PfPlot entfällt diese Korrektur, da bei PfPlot automatisch der Nullpunkt des  $\beta$  Winkels so definiert wurde, dass er auf der x-Achse liegt. Bei anderen Programmen wie z.B. der OVF-Software "CUBODF" ist der Nullpunkt des  $\beta$  Winkels auf der y-Achse definiert. Abbildung 5.6 zeigt die Nordhemisphäre einer Polfigur und stellt den Zusammenhang zwischen den Punkten der einzelnen Histogramme (siehe Abbildung 5.4) und den Polfigurpunkten dar. Die farbigen Linien in Abbildung 5.6 entsprechen den Debye-Scherrer Kegelabschnitten zwischen den entsprechenden Punkten der drei Detektorhistogramme aus Abbildung 5.4.

Es ist hierbei besonders zu beachten, dass die Probenorientierung nicht bei jedem  $\gamma$  Segment der Beugungsbedingung entspricht ( $\omega \neq \theta$ ). Dies äußert sich insbesondere im Polfigurzentrums, da lediglich Polfigurpunkte messbar sind deren  $\alpha$  Winkel größer als der Streuwinkel  $\theta$  ist. Des Weiteren ändert sich der  $\beta$  Winkel eines Debye-Scherrer Kegels einer diskreten Probenorientierung nahe dem Polfigurmittelpunkt (siehe Abbildung 5.6).

Bei der Verwendung von "STeCa" ist darauf zu achten, dass für die Berechnung einer Polfigur entweder die Hälfte mit positivem  $2\theta$  Wert oder die Hälfte mit negativem  $2\theta$  Wert des Debye-Scherrer Kegels verwendet wird. In Abbildung 5.6 entspricht dies den rot bzw. blau eingezeichneten Abschnitten. Der fehlende Teil der Polfigur wird bei "STeCa" von der Südhalbkugel durch das Kugelzentrum auf die Nordhalbkugel gespiegelt. Auf diese Weise kann sowohl mit dem negativen  $2\theta$  Abschnitt der Debye-Scherrer Kegel als auch mit dem positive Abschnitt eine komplette Polfigur berechnet werden. Lediglich im Zentrum bleibt Bereich ( $\alpha < \theta$ ) der nicht abgedeckt ist.



**Abbildung 5.6:** Schematische Polfigur mit einem winkelgetreuen Raster  $10^\circ \times 10^\circ$ . Es sind die uninterpolierten Punkte und Debye-Scherrer Ringe aus Abbildung 5.4 dargestellt.

### Ausgabe und Interpolation der Polfigurdaten

Die berechneten Polfigurdaten beinhalten die ermittelten Intensitätswerte mit ihren Polfigurwinkeln  $\alpha$  und  $\beta$ . Durch die Verwendung von Flächendetektoren beinhaltet ein Detektorbild mehrere Polfigurpunkte (siehe "Erstellung der Diffraktionsdiagramme"). Es ist darum nicht möglich die Probenorientierung so einzustellen, dass die resultierenden Polfigurwinkel exakt einem äquidistanten Polfigurraster entsprechen. Sämtliche Daten existieren aufgrund dessen als Listen mit Polfigurwinkelinformationen. Einerseits kann diese Liste direkt ausgegeben werden, um sie direkt weiterzuverarbeiten. Die OVF-Software "MTEX" bietet zum Beispiel die Möglichkeit solche nicht äquidistanten Daten direkt zu lesen (Hielscher & Schaeben, 2008). Andererseits, können die Polfigurdaten auch auf ein gewünschtes äquidistantes Raster interpoliert werden. Zu diesem Zweck werden zwei Interpolationsmethoden von der Software "STeCa" unterstützt, welche im Folgenden beschrieben werden.

#### *IDW Vierquadranten Verfahren*

Unter dem IDW Vierquadrantenverfahren ist ein Interpolationsverfahren nach dem Prinzip des gewichteten Mittelwertes zu verstehen. Die Faktoren bei der Bestimmung des arithmetischen Mittelwertes sind in diesem Falle die inversen Distanzen zum Rasterpunkt, woraus sich der Name "**I**nverse **D**istance **W**eighting" (IDW) ableitet (Shepard, 1968). Eine Besonderheit hierbei ist, dass für jeden zu berechnenden Polfigurpunkt ein vier Quadrantenfeld aufgespannt wird, wobei pro Quadrant die nächstgelegene Stützstelle in die Berechnung eingeht (siehe Gleichung ( 5.16 )). Auf diese Weise wird die Richtungsabhängigkeit mitberücksichtigt (siehe Abbildung 5.7). Da sich die Interpolation auf eine Kugeloberfläche bezieht ist zu berücksichtigen, dass sich die Abstände  $d(x_0, x_i)$  zum zu berechnenden Polfigurrasterpunkt nur entlang eines Großkreises bestimmbar sind (siehe Gleichung ( 5.17 )).

$$f(x_0(\alpha, \beta)) = \frac{\sum_{i=1}^4 \frac{x_i(\alpha, \beta)}{d(x_0(\alpha, \beta), x_i(\alpha, \beta))}}{\sum_{i=1}^4 \frac{1}{d(x_0(\alpha, \beta), x_i(\alpha, \beta))}} \quad (5.16)$$

$$d(x_0(\alpha_0, \beta_0), x_i(\alpha_i, \beta_i)) = \cos^{-1} \left( \frac{\cos(\alpha_0)\cos(\alpha_i) + \sin(\alpha_0)\sin(\alpha_i)\cos(\beta_i - \beta_0)}{1} \right) \quad (5.17)$$

Das beschriebene Interpolationsverfahren ist präzise und ermöglicht eine sehr genaue Intensitätsbestimmung der Rasterpunkte. Bei sehr hohe Stützstellendichten kann jedoch zu Problemen führen, da in diesem Fall der zu bestimmende Rasterpunkt nicht ausreichend geglättet wird. Dies äußert sich im Polfigurmittelpunkt, wo in Abhängigkeit von der verwendeten Messmethode beim winkelgetreuen Raster (siehe Abschnitt 2.2.4) eine sehr hohe Messpunktedichte existiert. Auf Grund dessen können bei dieser Methode wie in Kapitel 4.2.2 beschrieben, im Polmittelpunkt Verzerrungen auftreten.

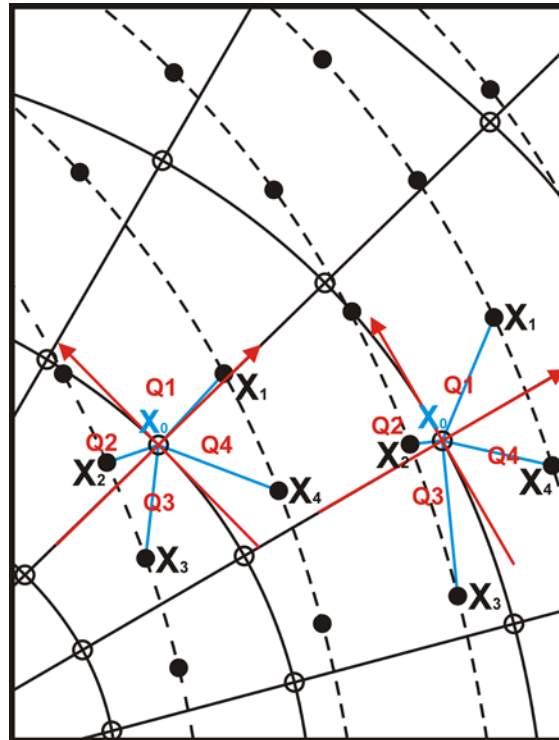


Abbildung 5.7: Exemplarische Darstellung des IDW- Verfahrens. Die zu ermittelnden Rasterpunkte sind ungefüllt, die gemessenen Stützstellen, gefüllt dargestellt. Für jeden zu errechnenden Rasterpunkt wird ein 4 Quadrantenfeld mit einer definierten Orientierung aufgespannt (rot). In die Berechnung gehen die dichtesten Messpunkte aus jedem Quadranten ein, wobei der Abstand blau gekennzeichnet ist.



### *Arithmetisches Mittelwert Verfahren*

Bei diesem Verfahren wird direkt das arithmetische Mittel aller Punkte innerhalb eines bestimmten Einflussbereiches ermittelt. Der Einflussbereich wird bei "STeCa" als Suchradius definiert. Zu beachten ist, dass sich dieser Radius, wie beim IDW- Verfahren beschrieben, aus einem Großkreis ergibt. Je nach definiertem Suchradius glättet dieses Verfahren unterschiedlich stark. Da sich in der Nähe des Äquators weniger Messpunkte innerhalb des Einflussbereiches befinden als nahe dem Polfigurmittelpunkt (Pol) kommt es bei der Wichtung der Polfigurpunkte zu einer leichten Asymmetrie. Auf Grund dessen werden Intensitäten nahe dem Polfigur Pol stärker geglättet als nahe dem Äquator. Der beim IDW- Verfahren beschriebene Nachteil der Verzerrung nahe des Pols kommt bei dieser Methode nicht zum Tragen. Als sinnvoll erweist sich daher, zunächst den Polfigurmittelpunkt unter Verwendung dieses Verfahrens zu bestimmen und anschließend die Berechnung der restlichen Polfigurpunkte des IDW- Verfahren zu nutzen. Die Software "STeCa" unterstützt die Kombination beider Interpolationsverfahren.

### **5.1.3 Online-Visualisierung "CarViewer"**

CarViewer ist ein Softwarewerkzeug welches die Darstellung von Instrumentparametern und Messdaten simultan zur Laufzeit ermöglicht. Diese Software basiert auf der mathematischen Bibliothek "PoleFigureCalculator" und wurde mit C++ unter Verwendung von QT entwickelt. Sie kann dadurch auf dem Instrumentsteuerungsrechner von STRESS-SPEC (Linux) sowie auf den Gästerechnern (Windows) kompiliert werden.

## 5.2 Messzeiterparnis und verbesserte Kornstatistik durch kontinuierlichen Polfigurmessung

Bei lokaler Texturuntersuchung mittels Diffraktionsmethoden kommt es zu einer Reduktion des Beugungsvolumens. Um dennoch Messergebnisse mit der bestmögliche Kornstatistik zu erhalten ist es notwendig möglichst alle Körner des untersuchten Volumens zu erfassen. Aus diesem Grund sollte das Messraster an das Polfigurfenster angepasst werden. Für das Polfigurfenster von STRESS-SPEC würde dies bedeuten, dass Detektorbilder in einem Messraster von  $\Delta\varphi = 0,36^\circ$  detektiert werden müssten (siehe Absatz 4.2.2). Im Falle eines winkelgetreuen Polfigurrasters würden sich somit ca. 1000 Messpunkte für jede  $\chi$  Position ergeben. Bei einem Abstand zwischen Probe und Detektor von 850mm müssten im ungünstigsten Fall (7  $\chi$  Positionen bei  $2\theta = 90^\circ$ ) 7000 Probenpositionen detektiert werden. Da das konventionelle Positioniersystem ca. 12s für das Anfahren eines Punktes benötigt, würde allein die messtechnisch nicht nutzbare Verfahrzeit 23,3h betragen.

Typischerweise werden Polfiguren mit einem Raster von mehreren Grad dargestellt. Ein oft genutztes Raster ist  $5^\circ \times 5^\circ$ . Für dieses Raster angepasste winkelgetreue diskrete Messungen haben eine Schrittweite von  $\Delta\varphi = 5^\circ$ . Die Anzahl der zu messenden Probenpositionen verringern sich an STRESS-SPEC in diesem Fall auf  $360/5 \cdot 7 = 504$  Positionen. Dies senkt die Verfahrzeit auf ca. 1,7h. Die Tabelle 5.1 zeigt die benötigten Verfahrzeiten bei verschiedenen Messrastern.

**Tabelle 5.1: Positionierzeiten für verschiedene Messraster**

Messraster $\Delta\varphi$ in $^\circ$	0,36	0,5	1	2	5	10
Positionierzeit t in s	23,3	16,8	8,4	4,2	1,7	0,85

Vergrößert sich das Messraster ergeben sich zwei wesentliche Nachteile. Einerseits werden nicht alle Körner erfasst und andererseits verschlechtert sich die Polfigurauflösung in  $\beta$  auf das verwendete Messraster. Die Auflösung von  $\alpha$  ist durch die Verwendung eines Flächendetektors unabhängig vom Messraster und ergäbe sich aus der Pixelauflösung des Detektors. In der Realität wird sie jedoch

durch das Polfigurfenster des Instruments verschlechtert. Bei diesen Betrachtungen werden Interpolationseinflüssen nicht berücksichtigt.

Dieses Dilemma lässt sich durch die Entwicklung der kontinuierlichen Polfigurmessung beheben. Bei dieser Methode wird die Probe kontinuierlich um  $\varphi$  gedreht, während mit einem ortsfesten Detektor Neutronen detektiert werden. Dadurch wird die Positionierzeit zur effektiv genutzten Messzeit. Dies hat zum Effekt, dass die Detektordatensätze während einer Messung in einem variablen Raster ohne Messzeitverlust gespeichert werden können. Zu beachten ist jedoch, dass mit Verringerung des Rasterabstandes antiproportional linear die benötigte Speicherkapazität steigt. Ab einem bestimmten Speicherintervall, abhängig von Neutronenfluss und Beugungsvolumen, benötigen Einzelereignisneutronendaten weniger Speicherplatz als die 2D Histogramme. Bei STRESS-SPEC limitiert die vorhandene Detektor- und Datenerfassungselektronik die Speicherart auf 2D Histogramme und das minimale Speicherintervall auf ca. 3s.

Ein weiterer Vorteil der kontinuierlichen Rotation der Probe ergibt sich aus der so möglichen Erfassung aller im Beugungsvolumen enthaltenen Körner. Dies gewährleistet Messungen mit optimaler Kornstatistik bei jeder gewählten Instrumentkonfiguration.

Mithilfe der Auswertesoftware "STeCa" kann die Statistik einzelner Diffraktogramme nachträglich durch Addition mehrerer 2D Histogramme erhöht werden. Durch diesen Prozess verschlechtert sich jedoch die gemessene Polfigurauflösung. Die Rotationsgeschwindigkeit muss hingegen, wie bei der konventionellen Methode die Belichtungszeit, an die Probe angepasst werden (siehe Abschnitt 3.3). Bei unbekanntem Grad der Vorzugsorientierung der Kristallite innerhalb einer Probe bietet sich jedoch die Möglichkeit detektierte Datensätze unterschiedlich zu analysieren, was einen signifikanten Vorteil darstellt. Ist die Regelung der Probe beispielsweise niedrig muss das Peak-Untergrundverhältnis sehr hoch sein, um die geringen Intensitätsvariationen der Polfigur ausreichend genau bestimmen zu können. In diesem Fall wird eine sehr gute Statistik der einzelnen Diffraktogramme benötigt, wohingegen die Polfigurauflösung in diesem Fall vernachlässigbar ist. Durch Addition mehrerer 2D Histogramme kann dieses Ergebnis erreicht werden. Ist die Regelung der

Probe hingegen stark, wird eine hohe Polfigurauflösung benötigt. Gleichzeitig repräsentieren viele Körner die Hauptvorzugorientierungen, was die Statistik verbessert. Hinzu kommt, dass aufgrund der hohen Regelung ein größerer statistischer Intensitätsfehler akzeptabel ist.

### **Vorteile der kontinuierlichen Polfigurmessung zusammengefasst:**

- Bessere Kornstatistik (100% der Körner des Messvolumens erfasst)
- wesentliche Messzeiterparnis (bis zu 80% Ersparnis)
- höhere Flexibilität (höhere Polfigurauflösung oder bessere Statistik)

### **Einfluss des integrierten Intervalls $\Delta\varphi$ einer kontinuierlichen Messung auf das Polfigurfenster**

Ähnlich wie die Segmentgröße  $\Delta\gamma$  die effektive Polfigurfenstergröße  $\Delta\alpha_{\text{effektiv}}$  beeinflusst (siehe Abschnitt 5.1.2), wirkt sich die Intervallgröße  $\Delta\varphi$  auf die effektive Polfigurfenstergröße  $\Delta\beta_{\text{effektiv}}$  aus. Diese effektive Polfigurfenstergröße  $\Delta\beta_{\text{effektiv}}$  einer kontinuierlichen Polfigurmessung errechnet sich wie folgt:

$$\Delta\beta_{\text{effektiv}} = \Delta\beta_{\text{Instrument}} + \Delta\varphi \text{ mit } \theta = \omega, \quad (5.18)$$

$\Delta\varphi$  entspricht dabei einem aufintegrierten Intervall einer kontinuierlichen Rotation. Mit der Datenanalysesoftware "STeCa" können mehrere Flächendetektor Histogrammen zusammengefasst werden, dies ermöglicht die nachträgliche Erhöhung der effektiven Polfigurfenstergröße  $\Delta\beta_{\text{effektiv}}$ .

### 5.2.1 Implementierung der kontinuierlichen Polfigurmessung an STRESS-SPEC

Kontinuierliche Polfigurmessungen an STRESS-SPEC sind aufgrund des rein seriellen Kommandointerpreters der Instrumentsteuerungssoftware CARESS (Instrumentsteuerungssoftware vom HZB) nicht möglich, da keine Messung während einer Motorfahrt durchgeführt werden kann. Um diese Limitierung zu umgehen wurde eine sich in der Entwicklung befindende Steuerungssoftware (Inspire) verwendet. Inspire ist ein vom HZB (ehemals HMI) entwickelter Ansatz eine Instrumentsteuerungsplattform zu schaffen, welche einerseits Muti-Thread fähig und andererseits komplett eventbasiert ist. Diese Plattform wurde in Java entwickelt, was zu Komplikationen führte, da die meisten an den Instrumenten verwendeten Treiber in C bzw. C++ geschrieben sind. Das Framework Inspire beinhaltet keine eignen Treiber zum Steuern der Instrumenthardware sondern nutzt eine von CARESS bereitgestellte CORBA (Common **O**bject **R**equest **B**roker **A**rchitecture) basierte Schnittstelle namens "AbsDev". Diese Schnittstelle stellt Funktionen zur Verfügung, welche die Kommunikation mit dem VMEbus (**V**ersa **M**odule **E**urocard) ermöglichen. Dadurch können Instrumentmotoren und Zähler sowie Flächendetektoren (Flächenzähler) über den VMEbus parametrisiert und gelesen werden. Auf diese Weise ließ sich ein Inspire-Modul implementieren, welches den seriellen Kommandointerpreter von CARESS umgeht und somit kontinuierliche Polfigurmessungen ermöglicht.

Inspire verfügte über keine Funktionen zum Schreiben der Messdaten. Geplant war die Einbindung von Bibliotheken, welche das Schreiben von Daten im NeXus Format (Klosowski, 1997) ermöglichen sollte. Diese standen zum Zeitpunkt der Implementierung aber noch nicht zur Verfügung. Aus diesem Grund wurden sämtliche Daten in einem ASCII Format gespeichert, welches die Auswertesoftware "STeCa" unterstützt (siehe Absatz 5.1).

### Ablauf einer kontinuierlichen Polfigurmessung

Da die Datenerfassung an STRESS-SPEC zum Löschen des aktuellen Histogramms mehrere Sekunden (ca. 5s) benötigt, ist es nicht möglich während einer kontinuierlichen Bewegung der Probe mehrere Messungen mit dem Detektor durchzuführen. Um diese Einschränkung zu überwinden wird bei der kontinuierlichen Methode ein endloser „Scan“ (Messung mit dem Detektor) gestartet, während die  $\varphi$  Achse kontinuierlich rotiert. Damit diese kontinuierliche Messung trotzdem in einzelne Abschnitte zerlegt werden kann, wird das aktuelle Detektorhistogramm in einem Zeitintervall von ca. 2s abgefragt. Man bezeichnet diesen Vorgang als pollen. Ein Abschnitt kann hierbei ein Winkelbereich sowie ein Zeitabschnitt sein. Ist die Messung eines definierten Abschnitts abgeschlossen, also beispielsweise ein  $\Delta\varphi$  Bereich von der Probe überschritten, wird ein Differenzhistogramm zwischen dem aktuellen und dem vorherigen Abschnitt gebildet und zusammen mit den Winkelwerten in die Messdatei geschrieben. Bei der Speicherung der Winkelwerte wird immer der Mittelwert zwischen Abschnittsanfang und Abschnittsende gebildet, da dieser Wert der durchschnittlichen Position der Probe innerhalb des Abschnittes entspricht. "STeCa" berücksichtigt dies bei der Datenauswertung und bildet beim Zusammenfassen von Histogrammen ebenfalls das arithmetische Mittel bei der Bestimmung der Winkel für das neu gebildete Histogramm.

Die so ermittelten Differenzhistogramme können nicht direkt analysiert werden, da einerseits die einzelnen Pollingintervalle nicht immer die gleiche Länge haben, Schwankungen von  $\pm 300\mu\text{s}$  sind bekannt und andererseits die Anzahl an Pollingintervallen innerhalb eines Abschnitts schwankt. Die Ursache hierfür liegt darin, dass die Intervallzeit kein ganzzahliger Teiler der Abschnittszeit ist. Um diesen Einfluss zu minimieren, wird zwischen dem letzten und vorletzten gepollten Detektorwert derjenige verwendet, der dichter am Abschnittsende liegt. Alle diese Einflüsse auf die Abschnittslänge können mit der Auswertesoftware "STeCa" durch eine Normierung nach Zeit oder Monitor korrigiert werden. Auch beim Zusammenfassen von Histogrammen werden die Monitor- bzw. Zeitinformationen korrekt aufsummiert.

Zu beachten ist jedoch, dass die Normierung nach Monitor bzw. nach Zeitintervall nicht 100% genau ist, da ein Zeitversatz von bis zu 100µs zwischen Erfassen des Normierungswertes und des Detektorhistogramms auftreten kann. Aus diesem Grund steigt die Genauigkeit bei Messungen mit längeren Abschnitten. Dies lässt sich auch nicht mit nachträglichem Addieren der Histogramme korrigieren. Dieser Effekt ist jedoch mit maximal 5% vernachlässigbar.

### **Kontinuierliche Polfigurmessung mit CARESS**

Im Jahr 2009 wurde die Entwicklung an der Instrumentensteuerungssoftware Inspire eingestellt. Ab diesem Zeitpunkt stand kein Support mehr zur Verfügung. Dies führte dazu, dass ab dem Jahr 2010 Inspire nicht zusammen mit den neueren CORBA Schnittstellen ("GenericCorbaDevice" genannt) eingesetzt werden konnte. Da jedoch die Einbindung der Robotersteuerung (siehe Abschnitt 5.4.2) über diese Schnittstellen realisiert wurde, war es nicht möglich Inspire zusammen mit dem Roboter am STRESS-SPEC einzusetzen. Erst ein CARESS Modul, welches im Rahmen dieser Arbeit in Zusammenarbeit mit dem HZB entwickelt wurde, stellt die kontinuierliche Polfigurmessung ohne Inspire zur Verfügung. Hierbei wird der serielle Kommandointerpreter übergangen, indem der komplette kontinuierliche Messablauf in einen vom Interpreter zu bearbeitenden Befehl gepackt wurde. Im Hintergrund wird dann die gesamte Logik in einem separaten Prozess abgearbeitet. Dieses Modul bzw. dieser CARESS Befehl wurde maßgeblich von Lutz Rossa, einem Mitarbeiter des HZB, implementiert und enthält den kompletten Funktionsumfang des Inspire-Moduls zur kontinuierlichen Polfigurmessung.

### 5.2.2 Vergleichsmessungen zwischen diskreter und kontinuierlicher Methode

Anfang 2009 wurde die erste kontinuierliche Polfigurmessung an der gewalzten Al7020 Standardprobe durchgeführt. Diese Messung wurde mit einer nahezu identischen Instrumentkonfiguration durchgeführt, wie die diskrete Messung der gleichen Probe an STRESS-SPEC ein Jahr zuvor (siehe Absatz 4.2.1). Es wurde lediglich die verwendete Wellenlänge des Ge {311} Monochromator auf 1,26Å verringert, um den Neutronenfluss an der Probe zu erhöhen. Möglich wurde dies durch mehr Platz am Probenstisch. Dadurch konnte der Detektortisch einen kleineren  $2\theta$  Winkel ( $2\theta=33,6^\circ$ ) anfahren als das Jahr zuvor. Im Jahr 2008 lag der kleinste anfahrbare Winkel noch bei  $2\theta_{\min}=40^\circ$ . Alle weiteren Parameter wie beispielsweise der Fokus des Monochromators, der Abstand zwischen Probe und Detektor sowie die Anzahl der diskreten  $\chi$  Kippwinkel waren identisch mit der Messung aus dem letzten Jahr. Durchgeführt wurde diese kontinuierliche Polfigurmessung unter Verwendung des Inspire Moduls (siehe Abschnitt 5.2.1). Die Drehgeschwindigkeit der  $\varphi$ -Achse betrug während der Messung  $10s/5^\circ$ . Da das minimale Ausleseintervall des Flächendetektors limitiert ist (siehe Abschnitt 5.2.1), wurden die 2D Histogramme des Flächendetektors alle  $2,5^\circ$  gespeichert. Auf diese Weise konnte die Auflösung im Gegensatz zur diskreten Polfigurmessung verdoppelt, die effektive Messzeit verdreifacht und gleichzeitig die Kornstatistik um den Faktor 14 gesteigert werden. Während die Messzeit von 2,4h für diskrete Messung auf  $360^\circ/5^\circ \cdot 10 \cdot 10s = 2h$  reduziert werden konnte.

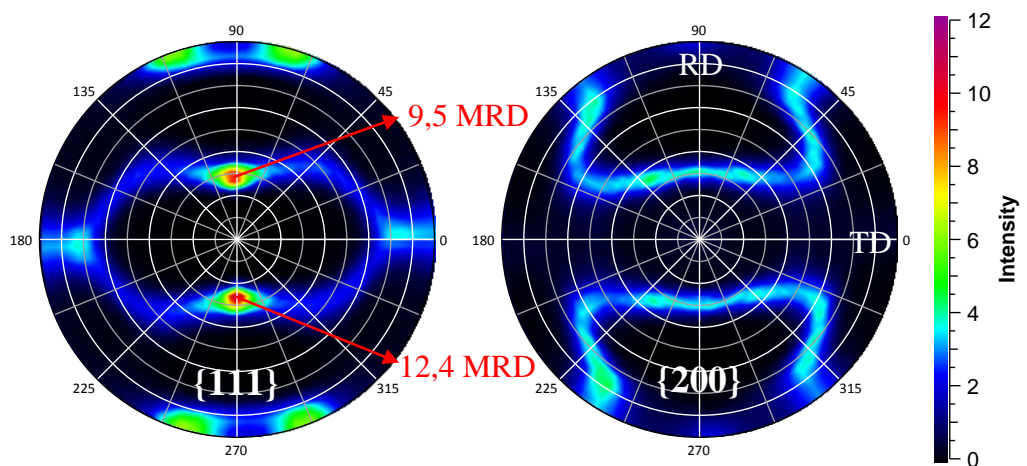
#### Ergebnisse der kontinuierlichen Al7020 Messung an STRESS-SPEC

Um ausschließlich den Effekt der verbesserten Kornstatistik darzustellen, wurde eine Datenanalyse mit einer Auflösung von  $\Delta\varphi=5^\circ$  durchgeführt. Dies entspricht der  $\Delta\varphi$  Auflösung (Schrittweite) der diskreten Vergleichsmessungen. Erreicht wurde diese Auflösung durch zusammenfassen von zwei Flächendetektor Histogrammen (siehe Abschnitt 5.2.1). Die Abbildung 5.8 zeigt die experimentellen Polfiguren interpoliert auf ein  $5^\circ \times 5^\circ$  Raster für diese Art der Datenanalyse. Es ist eindeutig zu erkennen, dass die ermittelte Regelung der {111} Polfigur schwächer ist als bei der diskreten Vergleichsmessung an



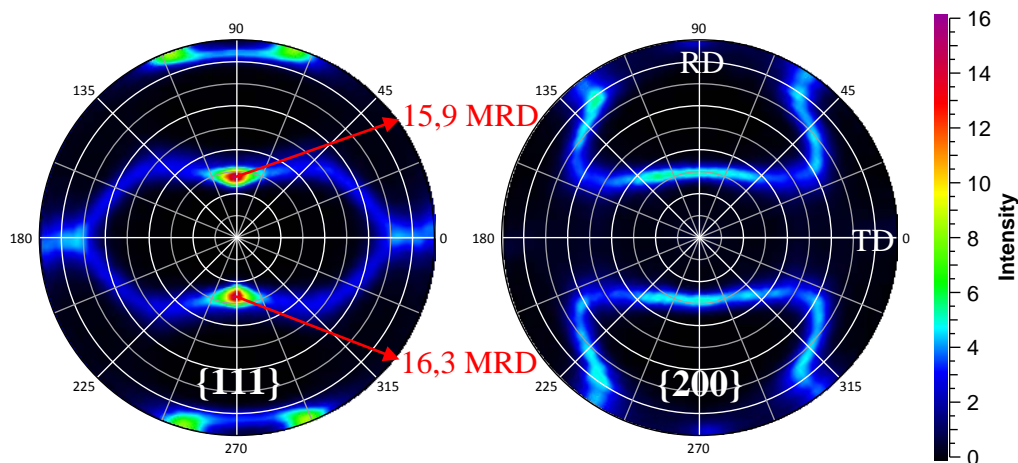
STRESS-SPEC im Jahr 2008 (siehe Abbildung 4.9). Dies ist auf folgenden Effekt zurückzuführen.

Bei der kontinuierlichen Methode wird jedes Korn des polykristallinen Werkstücks exakt gleich lang in Reflexionsstellung gebracht. Dies gewährleistet eine absolut perfekte Vergleichbarkeit, während bei der diskreten Methode für einen gemessenen Polfigurrasterpunkt ausschließlich die Körner erfasst werden, deren Orientierung innerhalb des Polfigurfensters liegt. Für die diskrete STRESS-SPEC Messung bedeutet dies, dass aufgrund des Flächendetektors alle Körner entlang eines Polfigurlängengrades (entlang  $\alpha$ ) erfasst wurden, entlang des Breitengrades jedoch nur Körner in einem diskreten Abstand von  $5^\circ$  mit einer Variation in  $\Delta\beta$  gleich dem Instrumentpolfigurfenster (siehe Abschnitt 5.1.2). Die Reduktion der ermittelten Regelung entsteht dadurch, dass bei der diskreten Messung einer dieser gemessenen Rasterpunkte exakt auf dem Intensitätsmaximum (der Kupferkomponenten) lag, während bei der kontinuierlichen Messung das arithmetische Mittel eines  $\Delta\beta=5^\circ$  Intervalls detektiert wurde. Es wurde somit durch die kontinuierliche Methode  $\Delta\beta$  des Instrumentpolfigurfensters um die Intervallweite vergrößert (siehe Abschnitt 5.2). Das Polfigurfenster für diese Art der Datenanalyse beträgt dadurch in etwa  $\Delta\alpha \approx 7,32^\circ$  und  $\Delta\beta_{\text{Äquator}} \approx 5,34^\circ$ , berechnet nach den Gleichungen ( 5.9 ) und ( 5.18 ).



**Abbildung 5.8:** Experimentelle Polfiguren der an STRESS-SPEC 2009 kontinuierlich gemessenen Al7020 Standardprobe dargestellt in MRD ( $\Delta\phi=5^\circ$ ).

Dieser Effekt der virtuellen Polfigurfenstervergrößerung kann jedoch durch eine Intervallweitenverringerung reduziert werden. Aus diesem Grund wurde dieselbe kontinuierlich Messung an STRESS-SPEC ein zweites Mal in der gemessenen Auflösung von  $\Delta\varphi=2,5^\circ$  analysiert und anschließend auf ein  $2^\circ \times 2^\circ$  Polfigurraster interpoliert. Die Abbildung 5.9 zeigt die experimentellen Polfiguren dieser Art der Analyse. Zu beachten ist hierbei, dass durch die Erhöhung der Polfigurauflösung auf  $2^\circ \times 2^\circ$  sich die Polfigurfenstergröße  $\Delta\alpha$  verringert (siehe Abschnitt 5.1.2). Es ergibt sich aufgrund dessen für diese Art der Analyse ein Polfigurfenster von  $\Delta\alpha \approx 4,32^\circ$  und  $\Delta\beta_{\text{Äquator}} \approx 2,84^\circ$ , siehe Gleichung ( 5.9 ) und ( 5.18 ). Die experimentellen Polfiguren zeigen eindeutig, dass durch die Reduktion der virtuellen Polfigurfenstergröße der Grad der Regelung der  $\{111\}$  Polfigur genauer bestimmt werden konnte (siehe Abbildung 5.9).



**Abbildung 5.9:** Experimentelle Polfiguren der an STRESS-SPEC 2009 kontinuierlich gemessenen Al7020 Standardprobe dargestellt in MRD ( $\Delta\varphi=2,5^\circ$ ).

Bei der Bestimmung der OVF aus diesen beiden experimentellen Polfiguren wurde der Grad der zu entwickelnden Fourierreihe erhöht um dem Konvergenzkriterium von Matthies zu entsprechen (siehe Gleichung ( 4.1 )). Theoretisch hätte die Anzahl der zu entwickelnden Koeffizienten auf  $L_{\text{max}}=90$  erhöht werden müssen. Die zur Verfügung stehenden Routinen lassen jedoch nur die Bestimmung von Reihen mit 59 Koeffizienten zu, wobei die Fehler bei Reihen mit  $L_{\text{max}}>51$  größer werden. Aus diesem Grund wurde die Fourierreihenentwicklung für die Bestimmung der OVF bei 51 Koeffizienten abgebrochen. Die  $RP_{0,2}$  Fehler dieser Analyse der kontinuierlichen Polfigurmessung sind mit 7,85%



Tendenz zu erkennen. Mit kleiner werdendem Polfigurfenster steigt die Regelung der Deformationskomponenten. Des Weiteren werden die RP Fehler bis zur  $1^\circ \times 2^\circ$  Polfigurauflösung kleiner. Dies deutet an, dass die Textur der untersuchten Probe mit der gewählten Instrumentauflösung an STRESS-SPEC noch nicht aufgelöst werden konnte. Ein Ansteigen des RP Fehlers bei den  $1^\circ \times 1^\circ$  Polfiguren lässt sich auf eine ungenügende Anzahl an bestimmten Koeffizienten der Fourierreihe zurückführen. Nach dem Konvergenzkriterium hätten 180 Koeffizienten bestimmt werden müssen. Die verwendete Software "CUBODF" ließ jedoch nur die Entwicklung der Reihe bis zum 51. Grad zu.

**Tabelle 5.2: Vergleich der Ideallagen der gewalzten Al7020 Probe zwischen der diskreten und der kontinuierlichen Polfigurmessung an STRESS-SPEC.**

$\phi 1$	$\Phi$	$\phi 2$	Komponente	dis. $5^\circ \times 5^\circ$ (MRD)	kon. $5^\circ \times 5^\circ$ (MRD)	kon. $2^\circ \times 2^\circ$ (MRD)	kon. $1^\circ \times 2^\circ$ (MRD)	kon. $1^\circ \times 1^\circ$ (MRD)
$35^\circ$	$45^\circ$	$0^\circ$	(110) [-112] Messing	18,6	17,8	28,1	26,4	28,5
$90^\circ$	$30^\circ$	$45^\circ$	(112) [11-1] Kupfer	24,9	22	33,3	32,9	35,7
$40^\circ$	$70^\circ$	$20^\circ$	(4 4 11) [11 11 -8] Taylor	25,3	22,9	35,3	34	36,8
$55^\circ$	$35^\circ$	$70^\circ$	(123) [63-4] S	20,8	19,7	28	27,8	29,7
$90^\circ$	$90^\circ$	$45^\circ$	(110) [001] Goss	3,4	2	5	4,1	4,2
Polfigurfenster $\Delta\alpha$ in $^\circ$				7,32	7,32	4,32	3,32	3,32
Polfigurfenster $\Delta\beta$ in $^\circ$				0,34	5,34	2,84	2,84	2,84
RP <sub>0,2</sub> für die {111} Polfigur in %				7,29	8,66	7,85	7,72	8,06
RP <sub>0,2</sub> für die {200} Polfigur in %				8,72	6,6	5,32	4,81	6,93

### Fazit

Theoretisch hätte die Messzeit dieser kontinuierlichen Polfiguruntersuchung von 2h um einen Faktor 3 auf 40min reduziert werden können. In diesem Fall wäre allerdings kein Speicherintervall von  $2,5^\circ$  möglich gewesen. Ziel dieser Messung war jedoch neben dem Nachweis der effizienteren Messzeitznutzung die Erhöhung der Instrumentauflösung, um die offenen Fragen zur realen Texturschärfe der Al7020 Probe beantworten zu können. Bei diesen Untersuchungen konnte durch die neuentwickelte kontinuierliche Polfigurmessmethode die Auflösung verdoppelt, die effektive Messzeit verdreifacht und die Anzahl der erfassten Körner vervierzehnfacht werden. Gleichzeitig bietet diese neue Methode im Zusammenhang mit der Datenanalysesoftware "STeCa" die Flexibilität beide Fragestellungen anhand einer Messung zu beantworten. Deshalb konnte durch diese zweistündige Messzeit an STRESS-SPEC nachgewiesen werden, dass einerseits die Effizienz durch die neue Methode stieg und andererseits die Notwendigkeit existiert bei start texturierten Proben die Polfigurauflösung zu erhöhen.

### 5.3 Korrektur von Absorptionseinflüssen

Bei lokalen Polfigurmessungen mittels Diffraktionsmethoden muss die durch Wechselwirkungsprozesse mit der Probe bedingte Reduktion der Strahlintensität berücksichtigt werden. Die Schwächung des einfallenden Strahls  $I_0$  ergibt sich aus dem linearen Absorptionskoeffizienten  $\mu$  und der Wegstrecke  $x$  innerhalb der Probe nach Gleichung ( 3.1 ). Der linearen Absorptionskoeffizienten ist abhängig vom untersuchten Material, von der Strahlenart und von der Energie der genutzten Strahlung. Detaillierte Beschreibungen der Zusammenhänge sind dem Abschnitt 3.4 zu entnehmen.

Am Synchrotrondiffraktometer HARWI-II wurde ein erster Testversuch durchgeführt, die durch Absorptionseffekte hervorgerufenen Einflüsse auf lokale Polfigurmessungen zu korrigieren. Für diese Tests bietet Harte Röntgenstrahlung gegenüber Neutronenstrahlung zwei wesentliche Vorteile. Einerseits ist der Wechselwirkungsquerschnitt von materialwissenschaftlich interessanten Metallen

für Photonen, mit einer an HARWI-II zur Verfügung stehenden Energie (80keV - 100keV), größer als für Neutronen. Andererseits lassen sich die Strahlwegen innerhalb der Probe an einem Synchrotrondiffraktometer einfacher bestimmen als an einem Neutronen Diffraktometer (siehe Abschnitt 2.2.3).

Um Methoden zur Korrektur von probenbedingten Absorptionseinflüssen an HARWI-II validieren zu können, musste das Diffraktometer sowie die Datenanalyse, mittels der Auswertesoftware "STeCa", zuvor charakterisiert werden. Zu diesem Zweck wurde an HARWI-II eine hochauflösende Untersuchung der Al7020 Standardprobe durchgeführt. Auf den folgenden Seiten werden die Ergebnisse dieser hochauflösenden Untersuchung vorgestellt und denen der Diffraktometer STRESS-SPEC und TEX2 gegenübergestellt. Anschließend wird anhand von Testmessungen an einer Serie von Kupferproben das Verfahren zur Korrektur der Absorptionseinflüsse geprüft.

### 5.3.1 Referenzmessung der Al7020 Standardprobe an HARWI-II

Die kontinuierlichen Polfigurmessungen am Neutronendiffraktometer STRESS-SPEC konnten die reale Texturschärfe der Al7020 Standardprobe nicht ausreichend genau bestimmen. Es wird davon ausgegangen, dass mit der Polfigurfenstergröße dieses Neutronendiffraktometers die Textur der Standardprobe nicht aufgelöst werden konnte (siehe Abschnitt 5.2.2). Aus diesem Grunde wurde versucht die reale Regelung der Vorzugorientierungen dieser Standardprobe durch die oben beschriebene Testmessung am Synchrotrondiffraktometer HARWI-II genauer zu ermitteln. HARWI-II bietet durch seinen Doppelmonochromator eine höhere Auflösung und somit ein kleineres Polfigurfenster als das ältere Diffraktometer BW5 am DORIS III Ring des DESY. Für BW5 wird ein Polfigurfenster von ca.  $\Delta\alpha_{\text{Instrument}}=0,97^\circ$  und  $\Delta\beta_{\text{Instrument}}=0,025^\circ$  angegeben (Weislak et al., 2002). Im Vergleich zum Polfigurfenster des fokussierenden Ge {311} Monochromators vom Neutronendiffraktometer STRESS-SPEC (siehe Abschnitt 4.2.2), ist das Polfigurfenster von BW5 in  $\alpha$  Richtung ca. halb so groß und in  $\beta$  Richtung ca. zehnmal kleiner. Es kann deshalb

davon ausgegangen werden, dass an HARWI-II Texturuntersuchungen mit höherer Auflösung durchgeführt werden können als am STRESS-SPEC.

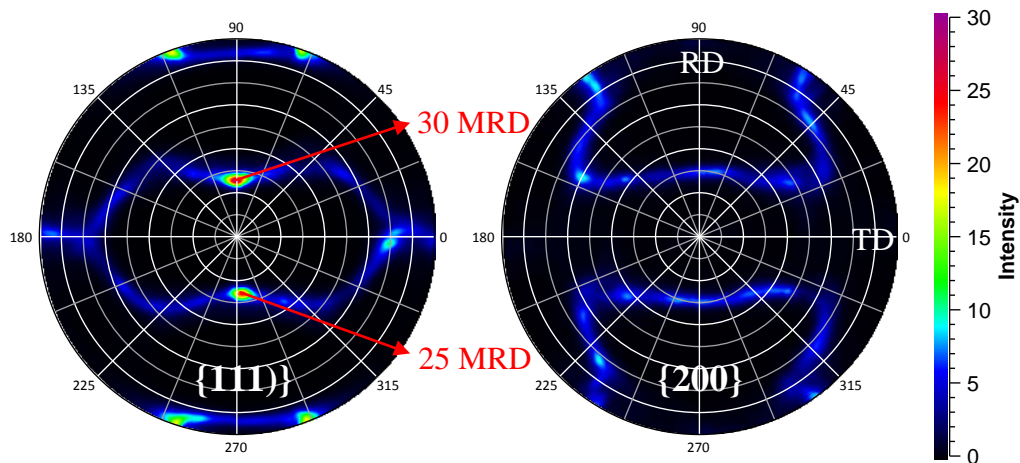
Durch die Zusammenarbeit mit den Wissenschaftlern am HASYLAB, insbesondere sei die Hilfe von Lars Lottermoser erwähnt, gelang eine schnelle Implementierung der kontinuierlichen Polfigurmessmethode für die dort verwendete Steuerungssoftware "Online". Aufgrund dessen konnte alle Messungen an HARWI-II kontinuierlich durchgeführt werden. Dank der Auswertesoftware "STeCa", welche das Datenformat des an HARWI-II verwendeten Flächendetektors unterstützt, konnte die volle Flexibilität der kontinuierlichen Polfigurmessmethode genutzt werden. Diese Flächendetektoren (MAR345) der Firma "MarResearch GmbH" werden aktuell nicht nur an HARWI-II eingesetzt, sondern auch an den Synchrotrondiffraktometern BW5 und HEMS (am PETRA III Ring des DESY). Somit kann die kontinuierliche Polfigurmessmethode sowie die Auswertesoftware "STeCa" auch an diesen Instrumenten eingesetzt werden.

Aufgrund der durch "STeCa" bereitgestellten Möglichkeit einzelne Datensätze nachträglich zusammenzufassen konnte die erste Testmessung der Al7020 Standardprobe an HARWI-II in einem Intervallabstand von  $\Delta\varphi=1^\circ$  durchgeführt werden. Infolgedessen ließ sich die Polfigurauflösung im Vergleich zu STRESS-SPEC verbessern. Gleichzeitig war die nachträgliche Erzeugung eines klassischen Datensatzes mit  $\Delta\varphi=5^\circ$  gewährleistet. Ein signifikanter Nachteil existierte allerdings bei Messungen mit einem MAR345 Detektor. Jeder detektierte Datensatz muss je nach Detektor Modus ca. 60-90s ausgelesen werden. Anschließend muss der Detektor ca. 30s gelöscht werden. Dies erhöht drastisch die Messzeit bei kleiner werdender Intervallweite. Im Falle der hochauflösenden Al7020 Messungen, mussten 180 Detektorbilder ausgelesen werden, wobei jedes Bild ca. 60s gelesen und 30s gelöscht wurde. Die gesamte Messzeit betrug aufgrund dessen ca. 4,5h. Die effektive Strahlzeit kann in diesem Fall mit ca. 5s pro Bild vernachlässigt werden.

Anhand der Abbildung 5.11 ist zu erkennen, dass aufgrund des verringerten Polfigurfensters und der geringeren Schrittweite an HARWI-II die Regelung der  $\{111\}$  Polfigur genauer bestimmt werden konnte. Bei dieser Polfigurberechnung

---

wurden die experimentellen Flächendetektordaten mit einer Segmentgröße von  $\Delta\gamma=1^\circ$  analysiert und anschließend auf ein Polfigurraster von  $1^\circ \times 1^\circ$  interpoliert. Demnach entspricht das Polfigurfenster dieser Analyse ca.  $\Delta\alpha=2^\circ$  und  $\Delta\beta=1^\circ$ . Bei der Analyse von Synchrotronmessdaten mit "STeCa" ist zu beachten, dass die nördliche Hemisphäre der Polfigur dargestellt wird. Während bei der Analyse von STRESS-SPEC Daten die südliche Hemisphäre dargestellt werden muss, da lediglich diese gemessen wird. Die beiden Hemisphären unterscheiden sich durch eine Spiegelung der Kugeloberfläche durch den Kugelmittelpunkt. Für die Polfiguren, welche die stereografische Projektion der Kugeloberfläche darstellen, kann diese Spiegelung durch eine Rotation von  $180^\circ$  um die Z-Achse erreicht werden. Die Z-Achse entspricht in Abbildung 5.11 der Normalenrichtung.



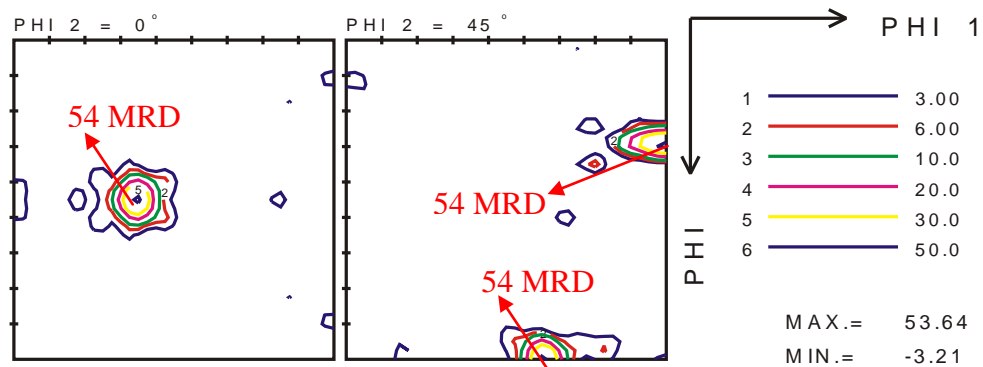
**Abbildung 5.11:** Experimentelle Polfiguren der Al7020 Standardprobe, hochauflösenden und kontinuierlichen gemessen an HARWI-II. Die Polfiguren zeigen die nördliche Hemisphäre und sind im  $1^\circ \times 1^\circ$  Raster dargestellt.

Bei dieser hochauflösenden Messung ist deutlich eine Asymmetrie in der  $\{111\}$  Polfigur zu erkennen. Diese Asymmetrie bestätigt den Verdacht, dass die Probe während des Walzprozesses ungleichmäßig deformiert wurde. Dieser Effekt zeigte sich bei den mittels Neutronendiffraktion gemessenen Polfiguren bereits, wurde jedoch fälschlicherweise auf Auflösungseffekte zurückgeführt.

Um diese Asymmetrie bei der weiteren Analyse der Polfigurdaten zu berücksichtigen, muss die OVF ohne die Symmetrisierungsoption "orthorhombisch" berechnet werden, da diese Option die vier Quadranten der Polfigur vor der Entwicklung der Fourierreihe X-Achsen bzw. Y-Achsen

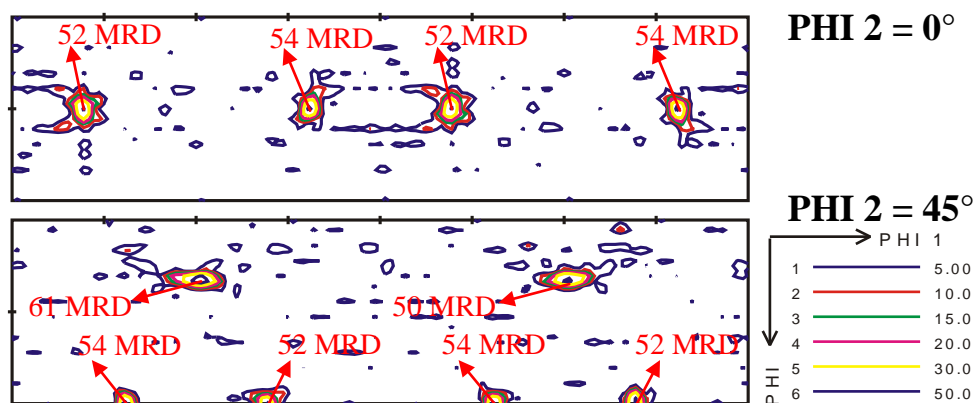


gespiegelt integriert. Für die Analyse der STRESS-SPEC Daten wurde diese Option verwendet um die Statik zu erhöhen. Es ist davon auszugehen, dass die Asymmetrie in der realen Textur der Grund für die Zunahme des RP Fehlers bei symmetrisiert berechneten Fourierreihen mit  $L_{\max}$  größer 51 ist. Dieser Trend wurde sowohl bei symmetrisierten Analysen von STRESS-SPEC sowie von hochauflösenden HARWI-II Messdaten festgestellt. Ursache ist vermutlich eine hinreichend gute Abbildung der symmetrisierten Polfiguren durch die berechnete OVF bei Reihenentwicklungsgraden größer 51. Ab diesem Grad entsprechen die aus der symmetrisiert berechneten OVF zurückgerechneten Polfiguren nicht mehr den asymmetrischen gemessenen Polfiguren.



**Abbildung 5.12: Orthorhombisch analysierter OVF-Schnitte der Al7020 Standardprobe hochauflösend mit einer Intervallweite von  $\Delta\varphi=1^\circ$  gemessen an HARWI-II. Auswertung erfolgte im  $1^\circ \times 1^\circ$  Raster es ergibt sich daher eine Segmentgröße von  $\Delta\gamma=1^\circ$ . Darstellung der Skala in MRD.**

Die Abbildung 5.12 zeigt die relevanten  $\varphi_2$  Schnitte einer "orthorhombisch" symmetrisiert berechneten OVF. Anschließend wurde die OVF erneut ohne die Symmetrisierung aus denselben experimentellen Polfigurdaten (HARWI-II) berechnet. In diesem Fall wurde eine triklone Deformationssymmetrie für den Walzprozess angenommen. Die Fourierreihe wurde bis zum maximal möglichen Grad von  $L_{\max}=59$  entwickelt. Außerdem wurden Testrechnungen mit weniger C-Koeffizienten durchgeführt. Alle Ergebnisse dieser Testrechnungen mit weinger Koeffizienten weisen deutlich höheren RP Fehler auf. Dies deutet eindeutig auf eine reale Asymmetrie der Textur.



**Abbildung 5.13:** Triklin analysierter OVF-Schnitte der Al7020 Standardprobe hochauflösend mit einer Intervallweite von  $\Delta\varphi=1^\circ$  gemessen an HARWI-II. Auswertung erfolgte im  $1^\circ \times 1^\circ$  Raster es ergibt sich daher eine Segmentgröße von  $\Delta\gamma=1^\circ$ . Darstellung der Skala in MRD.

Die Abbildung 5.13 zeigt, dass die Asymmetrie auch in den triklin berechneten OVF-Schnitten wiedergefunden werden kann. Im  $\varphi_2=45^\circ$  Schnitt ist eine Variation der Intensität an den Stellen der Kupferkomponente deutlich zu erkennen. Dies deutet eindeutig auf eine Überlagerung durch andere Texturkomponenten. Die RP Fehler der nicht symmetrisierten OVF-Analyse sind mit  $RP_{0,2}\{111\}=25\%$  und  $RP_{0,2}\{200\}=17\%$  nahezu drei Mal so hoch wie die Fehler der Analyse der Neutronendaten. Dies ist auf die unzureichende Anzahl von bestimmten C-Koeffizienten zurückzuführen. Nach dem Konvergenzkriterium von Matthies hätten mindestens 180 C-Koeffizienten entwickelt werden müssen.

Die ermittelten RP Fehler der Analyse mit vorausgesetzter orthorhombischer Prozesssymmetrie sind mit  $RP_{0,2}\{111\}=17,6\%$  und  $RP_{0,2}\{200\}=12,2\%$  zwar kleiner als bei der triklinen Analyse. Dies ist jedoch auf die bessere Statistik der symmetrisierten Polfiguren zurückzuführen.

Die Tabelle 5.3 stellt alle Texturkomponenten der verschiedenen Analyse-methode zusammen mit der hochauflösend analysierten kontinuierlichen STRESS-SPEC Messung dar. Es ist eindeutig zu erkennen, dass die reale Texturschärfe mit der Auflösung von STRESS-SPEC nicht abgebildet werden konnte. Eine weitere Reduktion der Intervallweite auf  $\Delta\varphi=1^\circ$  würde zwar eine

höhere Auflösung an STRESS-SPEC ermöglichen, die Brillanz der HARWI-II Untersuchung könnte allerdings nicht erreicht werden.

**Tabelle 5.3: Vergleich der verschiedenen Analysen der hochauflösenden HARWI-II Polfigurmessung mit der hochauflösenden Analyse der kontinuierlichen STRESS-SPEC Messung.**

$\varphi_1$	$\Phi$	$\varphi_2$	Komponente	STRESS-SPEC 1°x1° orthorhombisch h (MRD)	HARWI-II 1°x1° orthorhombisch h (MRD)	HARWI-II 1°x1° triklin (MRD)
35°	45°	0°	Messing	28,5	54	52
90°	30°	45°	Kupfer	35,7	54	61
40°	70°	20°	Taylor	36,8	50,5	51
55°	35°	70°	S	29,7	43,2	48
90°	90°	45°	Goss	4,5	4,3	2,6
Polfigurfenster $\Delta\alpha$ in °				3,32	2	2
Polfigurfenster $\Delta\beta$ in °				2,84	1	1
RP <sub>0,2</sub> für die {111} Polfigur in %				8,06	17,6	25
RP <sub>0,2</sub> für die {200} Polfigur in %				6,93	12,2	17

### Ausblick

Bei diesen starken Regelungen stellt sich die Frage ob eine Analyse nach der harmonischen Methode noch möglich ist. Es wäre anzuraten die Analysen mit anderen Methoden zur OVF-Bestimmung zu vergleichen. Dies ist jedoch sehr zeitaufwendig und für unsere Gruppe lizenzrechtlich nicht vollständig durchführbar. Da diese Thematik nicht Gegenstand meiner Arbeit war, wurden keine weiteren Analysen mit anderen OVF Bestimmungsmethoden durchgeführt.

### 5.3.2 Absorptionskorrekturmessung an HARWI-II

Um Verfahren zur Korrektur von Absorptionseffekten zu validieren, wurde eine Reihe von Testmessungen an HARWI-II durchgeführt. Für diese Testmessungen wurden aus einem Kupferblech drei zylinderförmige Proben mit unterschiedlicher Grundfläche präpariert. Diese Grundflächen unterscheiden sich in ihrer Symmetrie. Sie sind kreisförmig ( $d=10\text{mm}$ ), quadratisch ( $a=10\text{mm}$ ) oder rechteckig ( $a=10\text{mm} \times b=20\text{mm}$ ), siehe Abbildung 5.14. Die Entnahme der Kupferproben erfolgte so, dass eine identische Textur gewährleistet ist. Kupfer ist für diese Untersuchung aufgrund seines hohen Wirkungsquerschnitts für Photonen optimal geeignet.



Abbildung 5.14: Die Abbildung zeigt die drei zylindrischen Kupferprobe der Absorptionseinflussmessung. Links ist die kreiszylindrische Referenzprobe ( $d=10\text{mm}$ ), in der Mitte die Probe mit quadratischer Grundfläche ( $10 \times 10\text{mm}^2$ ) und rechts die Probe mit rechteckiger Grundfläche ( $10 \times 20\text{mm}^2$ ) dargestellt.

Durch die Verwendung des Flächendetektors an HARWI-II können komplette Debye-Scherrer-Kegel detektiert werden. Dies ermöglicht die Messung nahezu kompletter Polfiguren ohne Kippung der Probe (siehe Abschnitt 2.2.3). Deshalb müssen die Proben während einer Polfigurmessung lediglich  $180^\circ$  um die Z-Achse gedreht werden. Daraus folgt, dass in erster Näherung der Weg des Photonenstrahls durch eine kreiszylindrische Probe während der gesamten Polfigurmessung identisch lang ist. Der Absorptionseinfluss durch die Variation des

Sekundärstrahlweges kann bei Diffraktionswinkeln kleiner  $2\theta=10^\circ$  und bei Kreiszylindern mit Durchmessern kleiner  $d=20\text{mm}$  vernachlässigt werden. Aufgrund dessen, kann die kreiszylindrische Probe als Referenzprobe ohne Absorptionseinflüsse angenommen werden. Abbildung 5.15 zeigt die Strahlweglängen innerhalb der drei Proben, sowie die sich daraus ergebenden Absorptionseinflüsse und die Beugungsvolumina in Abhängigkeit des Rotationswinkels  $\varphi$ . Da die Grundflächen der drei Proben zu ihrem Mittelpunkt punktsymmetrisch sind, genügt die Darstellung des Strahlwegs über ein  $\varphi$  Bereich von  $90^\circ$ . Die Schwächung der Strahlintensitäten durch Absorption werden als Faktoren normiert auf die Intensitätsschwächung der kreiszylindrischen Probe angegeben, gleiches gilt für die Beugungsvolumen. Da der lineare Absorptionskoeffizient von Kupfer für die an HARWI-II verwendete Photonenenergie ( $E=100,7\text{keV}$ )  $\mu = 4,00 \text{ 1/cm}$  beträgt, ergibt sich nach Gleichung ( 3.1 ) für die kreiszylindrische Probe eine Reduktion der Strahlintensität  $I_0$  um 98,17%. Das Beugungsvolumen beträgt für die Messung der Referenzprobe aufgrund der quadratischen Photonenstrahlquerschnittsfläche von  $A=1\text{mm}^2$  konstant in Näherung  $V\approx 10\text{mm}^3$ .

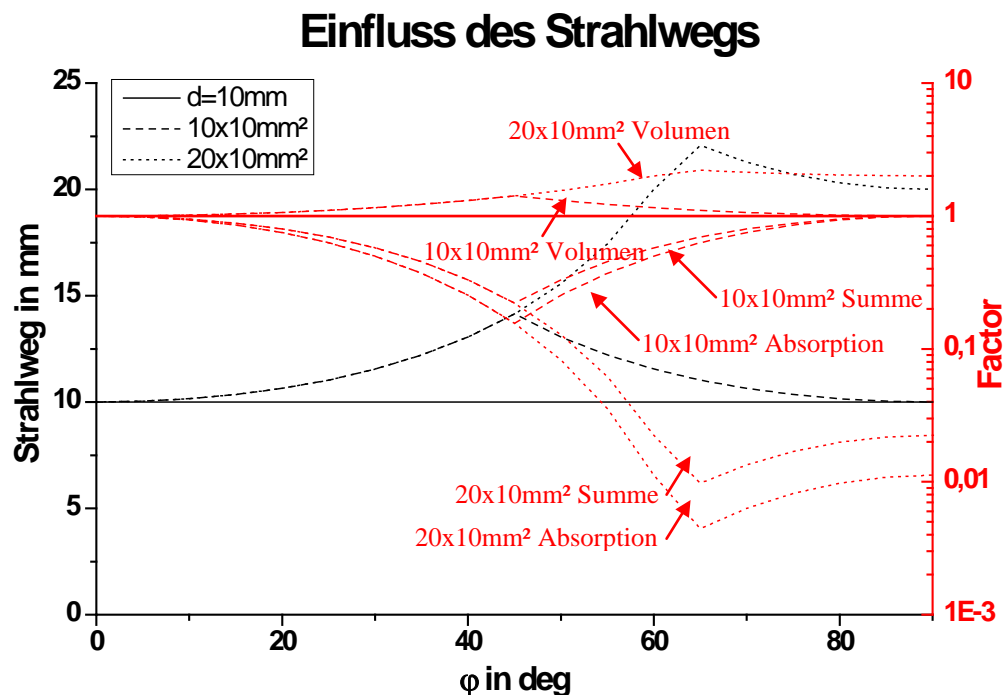


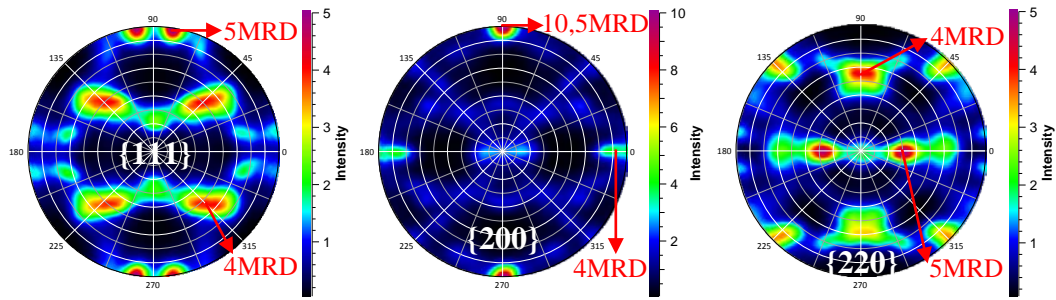
Abbildung 5.15: Das Diagramm stellt die Einflüsse durch das Beugungsvolumen, die Absorption und beides zusammen als Faktoren (rot) sowie die Wegstrecke durch die Probe (schwarz) in Abhängigkeit des Probenrotationswinkels  $\varphi$  dar. Die Faktoren wurden auf die kreiszylindrische Probe normiert.

Der exponentielle Einfluss des Weges in Gleichung ( 3.1 ) zur Berechnung der durch Absorption reduzierten Strahlintensität  $I$  ist in Abbildung 5.15 gut zu erkennen. Die Strahlintensität der Probe mit rechteckiger Grundfläche ( $20 \times 10 \text{ mm}^2$ ) sinkt durch Absorptionseinflüsse im extrem Fall (diagonal  $x=22,36 \text{ mm}$ ) auf unter 4‰ (normiert bezüglich der Strahlintensität der kreiszylindrische Probe), während sich gleichzeitig das Beugungsvolumen (linear korreliert mit der Wegstrecke  $x$ ) um einen Faktor von 2,24 erhöht.

Die Polfigurmessungen der drei zylindrischen Kupferproben mit unterschiedlichen Grundflächen erfolgten alle mit einer Schrittweite von  $\Delta\varphi=5^\circ$ . Diese Schrittweite entspricht einer Standardpolfigurmessung an HARWI-II. Um die benötigte Messzeit zu reduzieren wurde der Detektor im 1600er Modus betrieben, bei welchem lediglich  $1600 \times 1600$  Pixel im Zentrum des Detektors ausgelesen werden. Dieser Modus ermöglichte die Detektierung der ersten drei  $\{hkl\}$  Netzebenen ( $\{111\}\{200\}\{220\}$ ) bei einer verwendeten Photonenenergie von  $E=100,7 \text{ keV}$  und einem Probe-Detektorabstand von 1m. Für diese Instrumentkonfiguration ergibt sich eine Messzeit pro Probe von ca. 1h (36 Bilder mal 60s lesen und 30s löschen des Detektors). Die reine Belichtungszeit kann mit 2s pro Bild vernachlässigt werden. Bei der Berechnung der Polfiguren durch die Auswertesoftware "STeCa" wurden die 2D Detektordaten mit einer Segmentgröße von  $\Delta\gamma=1^\circ$  analysiert. Anschließend wurden die so ermittelten Polfigurdaten auf ein  $1^\circ \times 1^\circ$  winkelgetreues Polfigurraster interpoliert.

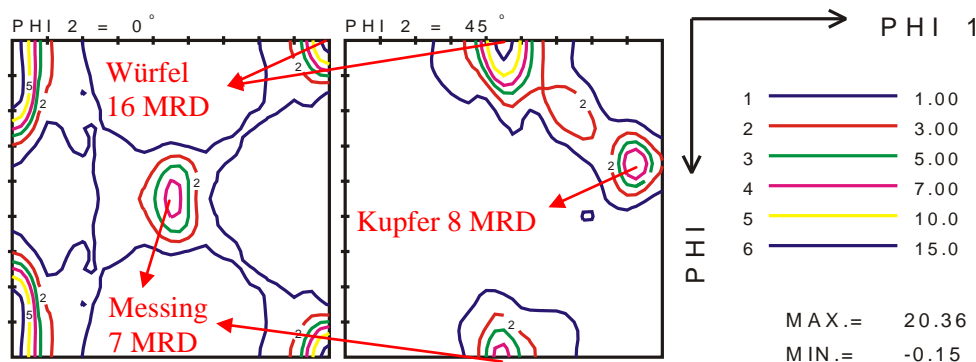
### **Kreiszyllindrische Referenzprobe**

Die experimentellen Polfiguren der Kreiszyllindrischen Referenzprobe, dargestellt in Abbildung 5.16 zeigen, eine eindeutig orthorhombische Prozesssymmetrie. Um die Polfiguren in der Literatur geläufigen Darstellung (Hirsch & Lücke, 1988) zu präsentieren, wurden sie  $+90^\circ$  um ihre Y-Achse gewälzt.



**Abbildung 5.16:** Experimentelle Polfiguren der kreiszylindrischen warm gewalzten Referenzkupferprobe. Die Polfiguren wurden  $+90^\circ$  um ihre Y-Achse gewälzt. Durch diese Rotation verschob sich ND auf den Südpol und TD verschob sich vom Nordpol auf den Äquator. Interpoliert auf  $1^\circ \times 1^\circ$  und dargestellt in MRD

Die Berechnung der OVF erfolgt nach der harmonischen Methode von Bunge. Als Eingangsdaten wurden die rotierten experimentellen Polfiguren verwendet. Die Fourierreihenentwicklung wurde bei einem Reihenentwicklungsgrad von  $L_{\max}=47$  abgebrochen. Die kleinen  $RP_{0,2}$  Fehler ( $\{111\} \Rightarrow 6.8\%$ ,  $\{200\} \Rightarrow 2.5\%$ ,  $\{220\} \Rightarrow 2.5\%$ ) zwischen den experimentellen Polfiguren und den aus der OVF zurückgerechneten Polfiguren zeigen, dass die OVF mit einer Regelung von 18MRD mit 47 Fourierkoeffizienten gut abgebildet werden konnte. Obwohl nach Gleichung ( 4.1 ) mindestens 180 C-Koeffizienten für diese Polfigurauflösung hätten entwickelt werden müssen. Ursache hierfür ist die Tatsache, dass die reale OVF dieser gewalzten Kupferproben mit einem  $5^\circ \times 5^\circ$  winkelgetreuen Polfigurraste hinreichend präzise hätte abgebildet werden können.



**Abbildung 5.17:** OVF der kreiszylindrischen warm gewalzten Kupferreferenzprobe.

Die relevanten OVF-Schnitte lassen eindeutig eine starke Rekristallisationskomponente (Würfellage 16MRD) und zwei Deformationskomponenten (Kupfer-8MRD und Messinglage 7MRD) erkennen (siehe Abbildung 5.17). Die starke Rekristallisationskomponente deutet auf warm gewalztes Kupfer, während die starken Reste der Deformationskomponenten auf eine Reduktion des Kupferbleches von über  $\eta=90\%$  hindeuten (Gerber et al., 2003). Bereits Necker beschrieb in den 90ziger Jahren des 20zigsten Jahrhunderts, dass die Stärke der Rekristallisationstextur bei warm gewalztem Kupfer mit der Reduktionsstärke des Walzprozesses zusammenhängt (Necker et al., 1991). Die Messungen von Engler zeigen, dass mit steigender Reduktion eines Kupferbleches während des Walzvorgangs sich die Würfelkomponente bei gleicher Auslagerungszeit stärker ausprägt (Engler, 2001).

### Absorptionskorrektur der nicht kreiszylindrischen Kupferproben

Die gewalzten Kupferproben wurden für die Polfigurmessung an HARWI-II beabsichtigt um  $90^\circ$  verkippt aus dem Kupferblech präpariert, da der Absorptionseinfluss dadurch deutlicher dargestellt werden kann. Abbildung 5.18 zeigt schematisch die beiden Extremorientierungen der Probe mit rechteckiger Grundfläche, wobei hierbei der Rotationswinkel  $\omega$  dem  $\phi$  Winkel entspricht. Eine genaue Zuordnung der Probenorientierungen zu den Polfigurwinkeln ist dem Abschnitt 5.1.2 zu entnehmen.

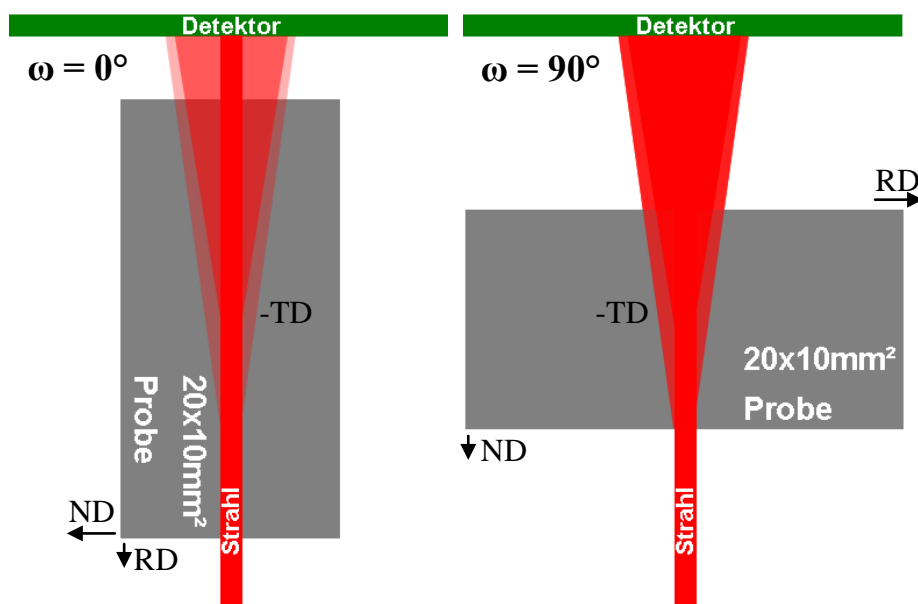
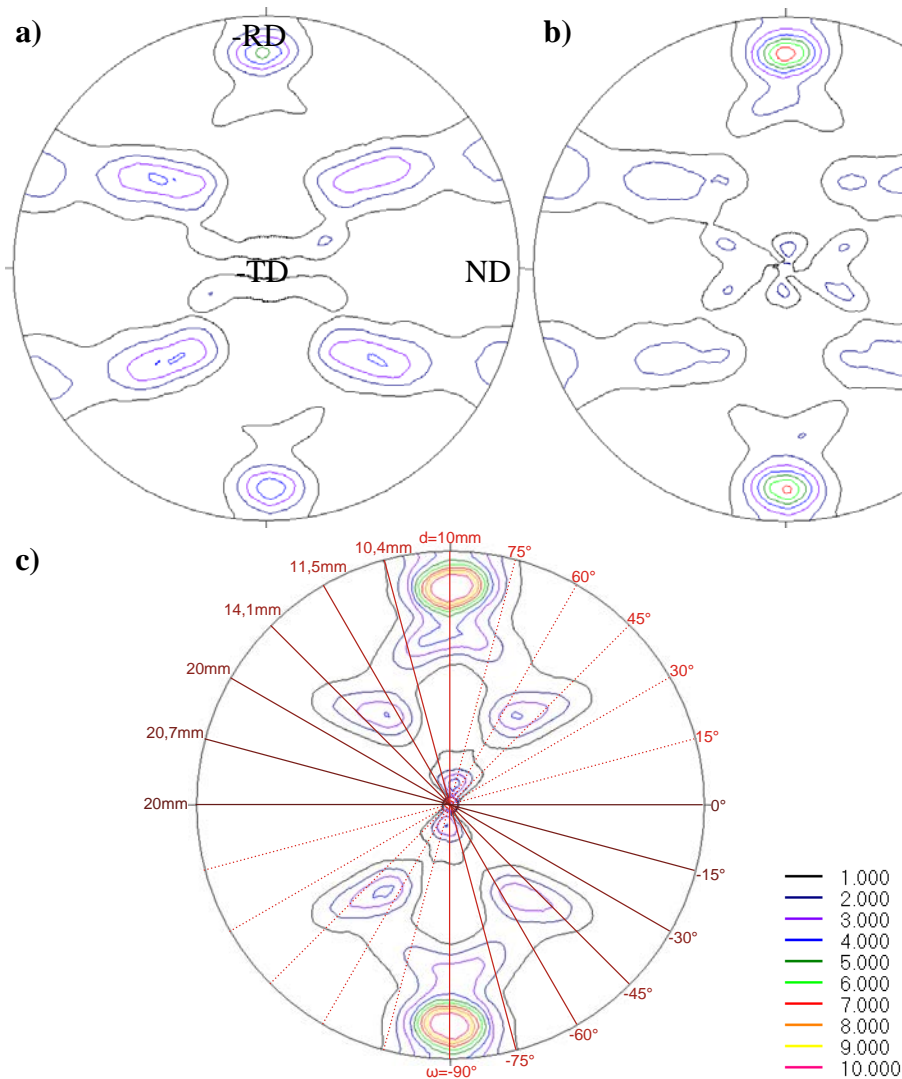


Abbildung 5.18: Schematische Darstellung der Probenorientierung bei  $\omega=0^\circ$  und bei  $\omega=90^\circ$ .



In Abbildung 5.19c sind die Strahlweglängen bezüglich der Probenorientierung in  $\varphi$  bzw.  $\omega$  dargestellt. An den experimentellen  $\{111\}$  Polfiguren der drei geometrisch verschieden Kupferproben ist eindeutig der Absorptionseinfluss bei zunehmender Strahlweglänge innerhalb der Proben sichtbar (siehe Abbildung 5.19).



**Abbildung 5.19: Unkorrigierte experimentelle  $\{111\}$  Polfiguren der Absorptionstestmessung des warm gewalzten Kupferblechs. a) Polfigur der kreiszylindrischen Referenzprobe b) Polfigur der zylindrischen Probe mit  $10 \times 10 \text{ mm}^2$  Grundfläche c) Polfigur der Probe mit  $20 \times 10 \text{ mm}^2$  Grundfläche**

Besonders gut lässt sich dieser Effekt, wie weiter oben beschrieben, bei der Probe mit rechteckiger Grundfläche erkennen (siehe Abbildung 5.15). Trotz größer werdendem Beugungsvolumen sinkt die gestreute Intensität gegenüber der Referenzprobe auf ca. 1% (Absorption auf 4‰ mal dem 2,24 Fachen des Beugungsvolumens). Deshalb musste die Belichtungszeiten bei der Messung der

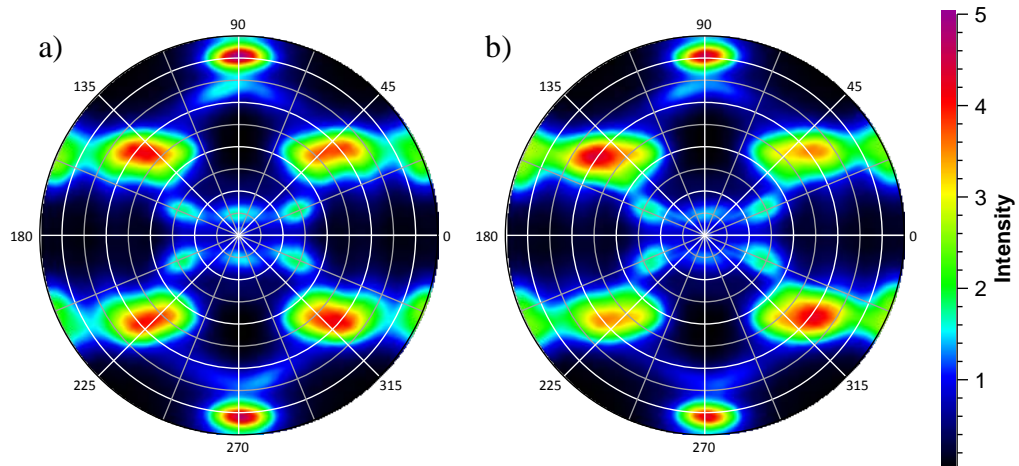
rechteckigen Probe an die Probenorientierung angepasst werden. Die Tabelle 5.4 zeigt die Belichtungszeit bezüglich der Probenorientierung. Die Variation der Belichtungszeit wurde bei der anschließenden Analyse der Messdaten ebenfalls korrigiert.

**Tabelle 5.4: Belichtungszeiten der rechteckigen Kupferprobe**

<b>Probenrotations- winkel <math>\omega</math> bzw. <math>\phi</math> in <math>^\circ</math></b>	92,5 - 117,5	122,5 - 137,5	142,5	147,5	152,5 - 207,5	212,5	217,5	222,5 - 237,5	242,5 - 267,5
<b>Belichtungszeit in s</b>	2	3	10	40	60	40	10	3	2

Die Korrektur der gemessenen Polfigurdaten erfolgte durch die Analysesoftware "STeCa" während der Polfigurberechnung. Zur Korrektur wurde die in "STeCa" implementierte Normalisierungsoption verwendet. Durch diese Option werden die bestimmten Intensitäten für diskrete Flächenelemente nach Belichtungszeit bzw. nach einem Monitorwert normiert. Um die Faktoren des Beugungsvolumens und des Absorptionseffektes aus Abbildung 5.15 in die Normalisierung nach Belichtungszeit mit einfließen zu lassen, wurden die Summenfaktoren, welche auf die Referenzprobe normalisiert sind, mit der Belichtungszeit multipliziert. Die so überarbeiteten Messdaten wurden direkt mit "STeCa" analysiert. Die Abbildung 5.20 zeigt die korrigierten  $\{111\}$  Polfiguren der nicht kreiszylindrischen Proben. Die korrigierten Polfiguren wurden auf dasselbe winkelgetreue  $1^\circ \times 1^\circ$  Raster interpoliert, welches auch bei der Analyse der Referenzprobe verwendet wurde.

Zur Quantifizierung der Güte des Korrekturverfahrens, wurden von den korrigierten sowie von den unkorrigierten Daten die Texturkomponenten ermittelt. Um die bestimmten Texturkomponenten transparent vergleichen zu können, erfolgte die Berechnung der OVF jeweils mit denselben Parametern wie bei der Analyse der kreiszylindrischen Referenzprobe. Die Tabelle 5.5 stellt die Texturkomponenten und die RP Fehler der einzelnen Analysen der korrigierten und unkorrigierten absorptionsbeeinflussten Polfiguren gegenüber. In der Spalte "Fehler" ist direkt die prozentuale Abweichung der Texturkomponente bezüglich derselben Komponenten der Referenzprobe dargestellt.



**Abbildung 5.20:** Korrigierte experimentelle  $\{111\}$  Polfiguren der Absorptionstestmessung. Darstellung in MRD, Orientierung wie Abbildung 5.19 a) Polfigur der Probe mit  $10 \times 10 \text{ mm}^2$  Grundfläche b) Polfigur der Probe mit  $20 \times 10 \text{ mm}^2$  Grundfläche

### Fazit

Die Abweichungen zwischen den ermittelten Texturkomponenten belegen eindeutig die Notwendigkeit der Absorptionskorrektur. Dies zeigen auch die ermittelten RP Fehler, da sich durch den der wahren Textur überlagerten Absorptionseffekt in den Polfiguren sich keine sinnvolle mathematische Lösung bei der Entwicklung der OVF ergibt. Nach der Korrektur der Messdaten war hingegen die Bestimmung der Texturkomponenten auch im Extremfall ( $20 \times 10 \text{ mm}^2$  Grundfläche) mit einer Abweichung von ca. 6% bezüglich der Referenzprobe möglich. Diese restliche Abweichung ergibt sich aus der nicht Linearität des verwendeten Flächendetektors. Es wurden bereits bei früheren Experimenten Abweichungen festgestellt. Um die Linearität des Detektors genauer zu untersuchen, müsste Pulvermessungen mit unterschiedlichen Belichtungszeiten durchgeführt werden. Die integrale Intensität eines Flächenbereichs sollte sich direkt proportional mit der Belichtungszeit verhalten. Dies ist jedoch nicht exakt der Fall. Ein ähnlicher Effekt wurde auch bei der Linearität der Monitordiode festgestellt. Aus diesem Grund mussten die Messdaten nach Belichtungszeit und nicht nach Monitor normiert werden. Dadurch ließ sich der Einfluss aus der Nichtlinearität der Monitordiode ausschließen. Die Abweichung des Flächendetektors konnte allerdings nicht korrigiert werden.

## Weiterentwicklungen an STRESS-SPEC

**Tabelle 5.5: Vergleich der korrigierten und unkorrigierten Texturkomponenten sowie RP Fehler der absorptionsbeeinflussten Kupferproben mit der Referenzprobe.**

				kreiszyindrische Referenzprobe	zylindrische Probe 10x10mm <sup>2</sup> Grundfläche				zylindrische Probe 20x10mm <sup>2</sup> Grundfläche			
					korrigiert		unkorrigiert		korrigiert		unkorrigiert	
$\phi 1$	$\Phi$	$\phi 2$	Komponente	MRD	MRD	Fehler / %	MRD	Fehler / %	MRD	Fehler / %	MRD	Fehler / %
45°	0°	45°	Würfel	18	18,2	1,1	18,3	1,7	17	-5,6	37,6	108,9
80	35	45°	Kupfer	8,2	7,9	-3,7	8,6	4,9	7,7	-6,1	12,2	48,8
45	90	45	Messing	7,9	7,9	0	10,9	38	7,7	-2,5	15,3	93,7
experimentelle Polfiguren				RP <sub>1</sub> / %	RP <sub>1</sub> / %		RP <sub>1</sub> / %		RP <sub>1</sub> / %		RP <sub>1</sub> / %	
{111}				2,1	3,2		23,3		7,8		52,2	
{200}				2,6	2,7		11,3		4,5		25,6	
{220}				2,1	2,3		7,4		4,3		15,8	

### 5.3.3 Übertragung des Absorptionskorrekturverfahrens auf Neutronendiffraktion an STRESS-SPEC

Der wesentliche Unterschied zwischen der Polfigurmessung mit Neutronen und harten Röntgenstrahlen liegt beim erfassten Bereich des Debye-Scherrer Kegels (siehe Abschnitt 2.2.3). Dieser kleinere erfasste Abschnitt bei Polfigurmessungen an STRESS-SPEC führt zu der Notwendigkeit die Probe während der Polfigurmessung nicht nur zu rotieren, sondern auch in diskreten Schritten um  $90^\circ$  zu kippen. Aufgrund dessen steigt die Komplexität bei der Berechnung der Strahlwege innerhalb der Probe. Einerseits muss bei der Bestimmung der Strahlwege an STRESS-SPEC die Dreidimensionalität der Probe berücksichtigt werden. Andererseits setzt sich der Strahlweg aus Primärstrahlweg (von der Probenoberfläche bis zum Beugungsvolumen) und aus Sekundärstrahlweg (vom Beugungsvolumen bis zur Oberfläche für einen diskreten  $\gamma$  Winkel) zusammen (siehe Abschnitt 3.1). Solange sich das Beugungsvolumen während der Polfigurmessung innerhalb der Probe befindet, kann bei STRESS-SPEC Messungen jedoch auf die Volumenkorrektur verzichtet werden.

Ein erster Korrekturtest einer lokalen Polfigurmessung an STRESS-SPEC wurde von Nowfal Alhamdany durchgeführt. Hierbei wurden 2010 mehrere Punkte in einem Kupferrohrsegment untersucht (Gan et al., 2011). Die Korrektur der bestimmten Polfiguren erfolgte in diesem Fall nicht durch die Auswertesoftware "STeCa", sondern durch die Multiplikation der gemessenen Polfiguren mit einer Korrekturpolfigur. Die einzelnen Punkte dieser Korrekturpolfigur beinhalten die Summe des Volumenkorrekturfaktors und des Absorptionskorrekturfaktors, wobei Zweiter sich aus den Strahlwegen innerhalb der Probe für ein theoretisches Punktbeugungsvolumen ergibt.

Die Bestimmung der Strahlwege durch die Probe erfolgt automatisiert für alle diskreten Probenorientierungen einer Polfigurmessung anhand eines 3d Modells der Probe. Ein solches Modell kann durch eine Koordinatenmessmaschine (CCM Coordinate Measurement Machine) erstellt werden. STRESS-SPEC verfügt über eine CCM der Firma Hexagon Metrologie mit einer Absolutgenauigkeit von  $\pm 0,1\text{mm}$ . Die CCM arbeitet mit einem Laserscannerkopf "Contour Probe" von Perceptron, welcher auf einem "CimCore" Arm sitzt. Die Analyse der Messdaten

---

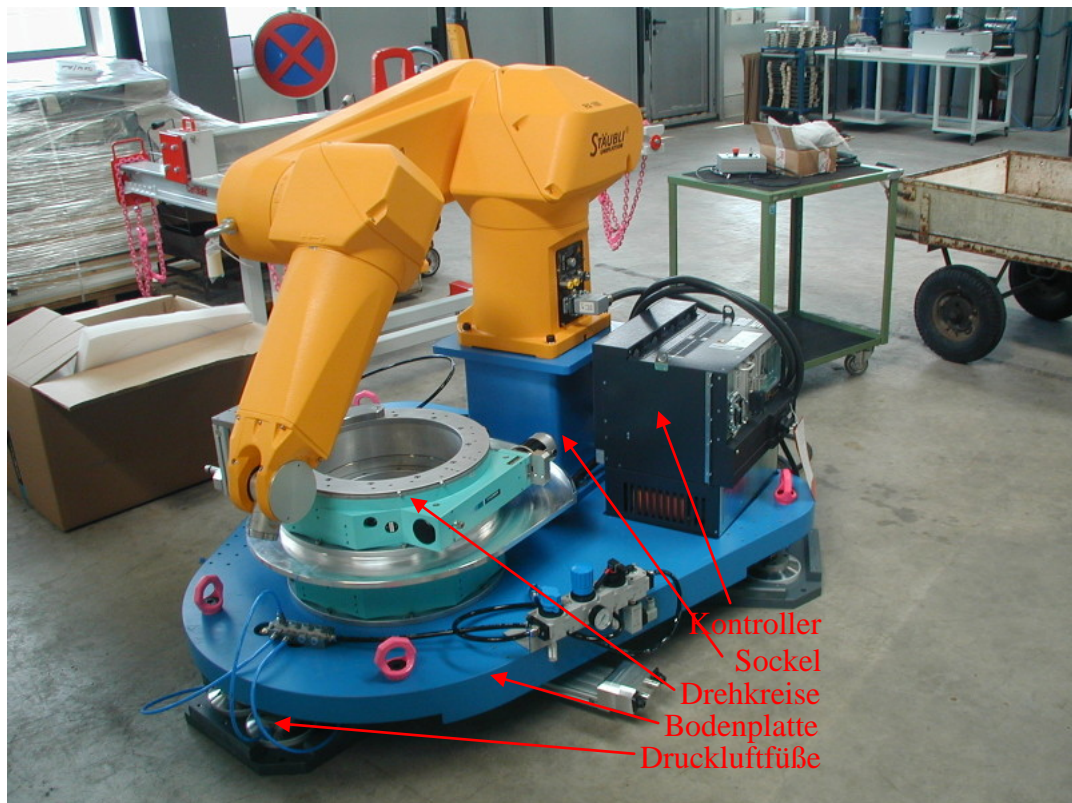
erfolgt mit Geomagic Studio 12.0, welches die CCM über ein Plug-In (Scan Works) komplett ansprechen kann. Aufgrund dessen kann eine Vermessung einer Probe direkt aus Geomagic Studio erfolgen. Die so gewonnen Punktwolken können anschließend in wenigen Bearbeitungsschritten in Polygone transformiert und als STL Datensatz (Surface Tessellation Language) gespeichert werden. Ein solcher STL Datensatz der Probe, beschreibt die Oberflächen durch Dreiecke (Polygone). Um aus diesen STL- Daten direkt die Strahlwege für alle Probenorientierungen zu ermitteln, wurde von Martin Völler eine C++ Bibliothek erstellt, welche die Primärstrahlwege (Oberfläche - Beugungsvolumen) und die Sekundärstrahlwege (Beugungsvolumen - Oberfläche) bezüglich eines punktförmigen Beugungsvolumens berechnet.

Es ist geplant diese C++ Bibliothek nach Python zu exportieren um Nutzern ein Werkzeug zur Berechnung der Korrekturpolfiguren zur Verfügung zu stellen.

### **5.4 Robotergestütztes Probenpositionieren**

Um die Limitierungen der eulerwiegenbasierten Positionierung von Proben an STRESS-SPEC zu überwinden (siehe Abschnitt 3.5), wurde im Rahmen eines BMBF finanzierten Verbundprojektes (Projektnummer: 05KN7MCA) der konventionelle Probentisch mit Eulerwiege durch einen 6 Achsenindustrieroboter (Stäubli RX160) ersetzt (Brokmeier et al., 2010; Rebelo-Kornmeier et al., 2009). Dieser Industrieroboter befindet sich zusammen mit seinem Controller auf einer mit Luftkissen ausgerüsteten Bodenplatte (siehe Abbildung 5.21) und kann sich deshalb wie der konventionelle Probentisch um die STRESS-SPEC Instrumentenburg bewegen. Aufgrund dessen kann mit dem robotergestützten System die gleiche Flexibilität bei der Instrumentkonfiguration erreicht werden, wie mit dem konventionellen Probentisch (siehe Kapitel 4.2). Die Konstruktion und Fertigung dieser Roboterbodenplatte wurde vom Verbundpartner, dem Institut für Werkzeugmaschinen und Betriebswissenschaft (IWB) der Technischen Universität München (TUM), durchgeführt und betreut.

Am IWB entstanden während des durch William Tekouo betreuten Roboterprojekts drei Diplomarbeiten. Gegenstand der ersten Diplomarbeit ist die Dimensionierung und Konstruktion der Roboterbodenplatte mit Sockel, Drehkreisen und Druckluftfüßen (Unger, 2009). Die beiden sich anschließenden Arbeiten befassten sich mit der Entwicklung einer Steuerungsschnittstelle und der Implementierung eines Regelkreises, um den Roboter anhand extern bestimmter Absolutpositionsdaten nachzuführen (Chaumet, 2009; Völler, 2010). Die Störgröße (Abweichung zum Zielwert) für diesen Regler sollte durch einen Laser-Tracker bestimmt werden.



**Abbildung 5.21:** Abbildung der roboterbasierten Probenpositioniereinheit für STRESS-SPEC, bestehend aus Bodenplatte, Robotersockel, Drehkreisen und dem RX160 Industrieroboter mit Kontroller.

Diese roboterbasierte Probenpositioniereinheit steigert im erheblichen Maße die Probenpositionierflexibilität bei einer für Texturuntersuchungen akzeptablen absoluten Positioniergenauigkeit von  $\pm 500\mu\text{m}$  (ohne Regelung). Im Folgenden werden die im Rahmen dieser Arbeit umgesetzten Entwicklungsschritte dokumentiert und anschließend wird die erste robotergestützte Texturmessung beschrieben.



### 5.4.1 Entwicklung der Roboterschnittstelle

Im Rahmen der Diplomarbeit von Nicolas Chaumet wurde vom IWB eine Schnittstelle zur Kommunikation zwischen PC und Robotercontroller entwickelt. Die Kommunikation der STRESS-SPEC-ROBOTER genannten Schnittstelle, kurz SSR, erfolgt über ModBus TCP (Klasen et al., 2010). Während die Serverseite der Schnittstelle in der Stäubli eigenen Programmiersprache VAL3 (Stäubli, 2005) geschrieben ist, wird dem Nutzer auf der Clientseite eine C++ Bibliothek zur Verfügung gestellt.

Dieses SSR Interface erwies sich bei der Inbetriebnahme am STRESS-SPEC als fehleranfällig. Eine Behandlung der Fehler war aufgrund der Konzeption der Schnittstelle nicht möglich. Das Kennproblem liegt bei der serverseitigen Behandlung der Kommandos. Wie in Abbildung 5.22 zu erkennen ist, wird bei dieser Implementierung bei jedem übermittelten Kommando auf das Ende der serverseitig ausgeführten Instruktion gewartet, bevor der Rückgabewert zurück an den Client geschickt wird. Dadurch haben alle vom Client ausgeführten Kommandos einen blockierenden Charakter.

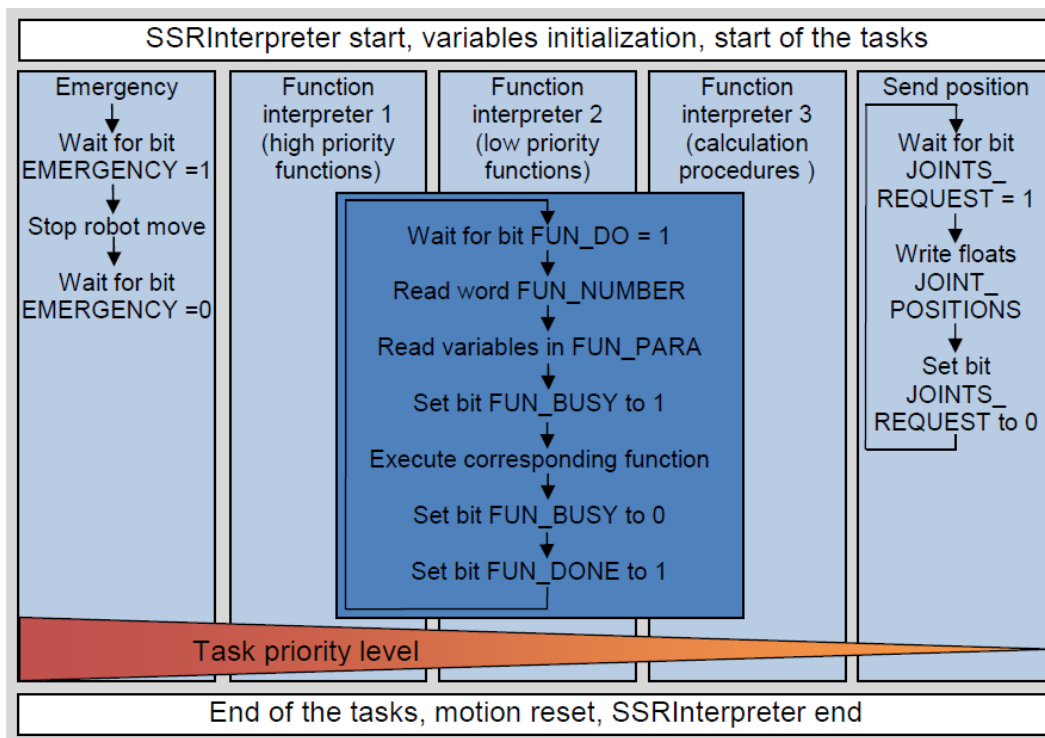


Abbildung 5.22: Flussdiagramm der Serverseite des SSR Interface (Chaumet, 2009)



Da die serverseitig verwendete Programmiersprache VAL3 bei einer Reihe von Instruktionen (z.B. bei einem Fahrkommando) im Fehlerfall den Thread indem der Befehl ausgeführt wird terminiert und anschließend einen Fehlercode emittiert, kann im Fehlerfall genau dieser Rückgabewert nicht an den Client übermittelt werden. Dies führte zu erheblichen Problemen auf der Clientseite, da dort die Kommunikation in mehrere Threads unterteilt werden müsste um eine Fehlerbehandlung zu ermöglichen.

Aus diesen Gründen wurde während dieser Arbeit eine alternative TCP Socket basierte Schnittstelle entwickelt. Diese "Stäubli Robotic Interface" (SRI) genannte Schnittstelle beinhaltet drei TCP-Socket Kommunikationskanäle. Neben dem Inputkanal welcher die Parametrisierung des Roboters erlaubt und dem Outputkanal über welchen der Kontroller zyklisch seine verschieden Status- und Positionsdaten sendet, existiert ein separater Fehlerkanal. Alle dem Client zur Verfügung stehenden Kommandos haben einen nicht blockierenden Charakter. Im Falle eines Fehlers wird auf der Serverseite die Ausführung weiterer Befehle durch eine Semaphore blockiert bis über den Fehlerkanal vom Client eine Fehlerquittierungsnachricht empfangen wurde. Dieses Verfahren bietet einerseits eine hohe Flexibilität und andererseits eine hohe Zuverlässigkeit. Um die C++ Clientbibliothek auch aus Skripten (z.B. Python) verwenden zu können, existieren Funktionen die das Warten auf Ereignisse unterstützen z.B. "WaitToEndOfMove", hierbei sind jedoch die oben beschriebenen Probleme zu beachten. Da die SRI Clientseite in C++ geschrieben wurde und lediglich für das Eventhandling und die Socket-Kommunikation das Framework QT verwendet wird, lässt sich die Clientbibliothek auf allen von QT unterstützten Betriebssystemen kompilieren. Die SSR kann hingegen nicht portiert werden, da die ModBus Emulation nur für Windows zur Verfügung steht.

### 5.4.2 Integration des Roboters in die Instrumentsteuerungssoftware von STRESS-SPEC

Die Instrumentsteuerungssoftware CARESS stellt zur Integration von externen Komponenten ein generisches CORBA basiertes Interface zur Verfügung, näherer Informationen zu diesem Interface sind Abschnitt 5.2.1 oder der CARESS Dokumentation zu entnehmen. Um den Roboter über dieses Interface in die Instrumentsteuerungssoftware einzubinden, muss die Komplexität des Roboters reduziert werden. Beispielsweise unterstützt die Makrosprache von CARESS lediglich Achsen (Motoren) mit einem Positionsparameter, da konventionelle Probenpositioniersysteme aus Einzelachsen aufgebaut sind. Da der Roboter kartesisch im Raum mit Absolutkoordinaten bezüglich seines aktuellen Referenzkoordinatensystems positioniert wird, müssen 6 Parameter (X, Y, Z, RX, RY, RZ) übermittelt werden. Um die Funktionalität der Roboterbibliothek SRI weiter zu abstrahieren, wurde ein Zwischenserver (Proxy) entwickelt. Dieser "SRI-Server" stellt einerseits CARESS über das generische Interface CORBA Motor-Server zur Verfügung und nutzt andererseits die SRI zur Kommunikation mit dem Robotercontroller. Folgende Aspekte werden abstrahiert, um sie auf die Komplexität einer einzelnen Motorachse zu reduzieren.

#### Parametrisierung des Roboters

Der Roboter kann von CARESS in Absolutkoordinaten sowie in Gelenkwinkeln angesprochen werden. Es wird jedoch zur Angabe des Zielpunktes immer nur ein Parameter des benötigten 6-Tupels übermittelt. Die anderen 5 Parameter werden aus der aktuellen Position übernommen. Somit lässt sich der Roboter nur relativ fahren, die sich ändernde Koordinate kann jedoch in absolutwerten angegeben werden.

#### Orientierungskonvention

Ein konventioneller Probenstisch mit Eulerwiege ermöglicht die Positionierung nach Eulerwinkeln mit der Konvention (Z, Y', Z''), siehe Abschnitt 2.2.1. Der Roboter hingegen arbeitet mit Eulerwinkeln nach der Konvention (X, Y', Z''). Daher werden lediglich die beiden Orientierungen (Y', Z'') durch den Roboter umgesetzt. Die Rotation um Z wird durch die Roboterbodenplatte realisiert. Es

kann dadurch auf eine Transformation der Eulerwinkelkonvention verzichtet werden.

### **Definitionsbereich**

Der Roboter gibt die Orientierungen im Definitionsbereich der trigonometrischen Funktionen aus, somit sind Multiturn Bewegungen nicht möglich. Deshalb werden die Umdrehungsinformationen protokolliert, um die aktuelle Roboterorientierung korrigiert auszugeben. Dies ermöglicht theoretisch Multiturnbewegungen, welche lediglich durch die Achslimits des Roboters begrenzt sind.

### **Singularitäten**

Der Roboter durchfährt bei bestimmten Achswinkelkombinationen Singularitäten, daher ist es von Vorteil den Ellenbogen des Roboters leicht seitlich herauszudrehen (ca.  $15^\circ$ ). Dies kann durch einen Offset zwischen der Orientierung der Roboterbodenplatte und der Roboterorientierung erreicht werden. Der Server unterstützt die Angabe dieses Offsets und berechnet automatisch die korrekten Positionsinformationen für die Roboterbodenplatte und den Roboterarm.

### **Koordinatensystem des Streupunktes (Frame)**

Um die Nutzung des Robotersystems zu vereinfachen wird das Koordinatensystem des Roboters auf den Streupunkt des Instruments gelegt. Der Streupunkt kann durch Messung einer Referenzprobe ermittelt werden. Dies ermöglicht das Anfahren des Messpunktes durch die Parameter  $X=0$ ,  $Y=0$ ,  $Z=0$ ,  $RX=0$ ,  $RY=0$ ,  $RZ=0$ . Die Koordinatentransformation zur Berechnung dieses Punktes in Weltkoordinaten erfolgt automatisch vom Robotercontroller. Beim Verfahren der Roboterbodenplatte wird die sich daraus ändernde Relation zwischen Roboterwelt und Streupunkt des Instruments automatisch korrigiert. Somit stimmt der gesetzte Roboterframe immer mit dem Streupunkt des Instrumentes überein.

### **Koordinaten des Messpunktes innerhalb der Probe (Tool)**

Mit Hilfe eines Tools wird eine weitere Koordinatentransformation definiert, welche die Relation zwischen Roboterflansch und dem zu untersuchenden Messpunkt innerhalb der Probe beschreibt. Dies ermöglicht das direkte

Positionieren eines Messpunktes bezüglich des aktuell definierten Streukoordinatensystems (Frame). Der SRI-Server unterstützt die Angabe mehrere Toolpunkte. Diese im vornherein definierten Toolpunkte können zur Laufzeit über die Instrumentsteuerungssoftware ausgewählt werden. Dies ermöglicht das automatische Untersuchen von mehreren Messpunkten innerhalb einer Probe.

### **Geschwindigkeit und Beschleunigung**

Die Geschwindigkeitsparameter des Roboters können durch den "Motion Descriptor" (MDESC) definiert werden (Stäubli, 2005). Die Parameter des MDESC können über die GUI des SRI-Servers sowie über die Instrumentsteuerungssoftware CARESS gesetzt werden. Dadurch kann bei kontinuierlichen Polfigurmessungen die Roboter Geschwindigkeit zur Laufzeit an die geforderte Winkelgeschwindigkeit der jeweiligen Messung angepasst werden.

### **Werkzeugwechsler**

Ein Zwölffachprobenwechsler wurde von Martin Völler konstruiert und aufgebaut. Das System basiert auf dem hochpräzisen Werkzeugwechsler CXC10 der Firma PTM (Präzisionstechnik GmbH). Die einzelnen Probenseitigen Werkzeugwechsler wurden mit einem Adapterring versehen, welcher die Passbohrungen zur definierten Ablage enthält und gleichzeitig als Ablagefläche dient. Auf eine weitere probenseitige Adapterplatte ist eine Dreibackenzentrier-spanner montiert. In diesen können die auf Vanadiumstifte geklebten Proben rotationssymmetrisch eingespannt werden. Roboterseitig ist der Werkzeugwechsler CXC10 durch eine Adapterplatte mit der standardisierten Aufbauplatte des Robotersystems verbunden. Diese Aufbauplatte wiederum ist direkt mit dem Roboter Flansch verbunden und dient als Basis für alle Probenaufbauten für Eigenspannungs- und Texturmessungen. Zur Aufbewahrung der Proben wurde ein modulares Magazin entworfen welches momentan über 12 Probenslots verfügt. Die 12 Probenslots sind über Gummimuffen vom Gestell entkoppelt. Aufgrund dessen reduziert sich die mechanische Belastung beim Greif- bzw. Ablegavorgang von Proben. Alle Komponenten des Probenwechslersystems sind in Abbildung 5.23 zu sehen. Im Rahmen dieser Arbeit wurde der Roboter-SRI Server (Proxy) um Routinen zum Probenwechsel erweitert. Die einzelne Fahrtwege zum Wechsellpunkt sowie der Wechsellpunkt an sich können in einer XML Datei

definiert werden. Um einen Wechselvorgang über den Server starten zu können, muss sich der Roboterflansch in einem frei zu definierenden Bereich über dem Magazin befinden. Da es aus praktischen Gründen möglich sein muss dieser Bereich in Instrumentkoordinaten (Koordinaten des definierten Frame) anzufahren und sich das Magazin zusammen mit der Roboterbodenplatte bezüglich des Instrumentstreupunktes verschiebt, können die Zielkoordinaten für diesen Wechslerausgangsbereich bezüglich des aktuellen Frame aus der GUI des Roboterservers ausgelesen werden. Somit ist ein direktes anfahren des Wechslerbereiches aus einem Messskript möglich. Der Wechselvorgang erfolgt durch die Angabe einer Probennummer. Sollte der Werkzeugwechsler nicht leer sein, wird die aktuelle Probe zuvor automatisch abgelegt. Das Ablegen der aktuellen Proben kann auch durch die Angabe der Nummer Null erzwungen werden. In CARESS wird die Angabe der Probennummer durch einen virtuellen Motor realisiert.

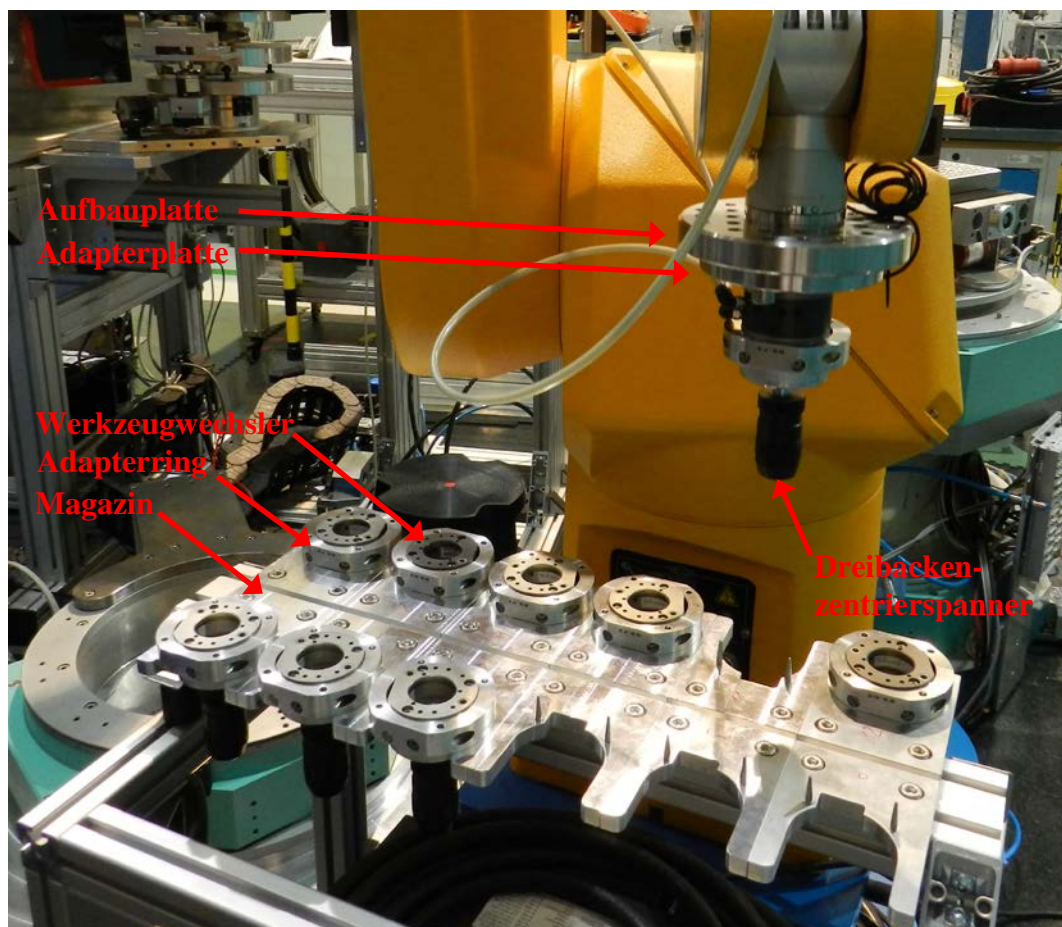


Abbildung 5.23: Zwölfach Probenwechsler des Roboters bestehend aus PTM Werkzeugwechslern und Dreibackenzentrierspannern für Texturserienmessungen.

Die Steuerung des Roboters von der Instrumentsteuerungssoftware CARESS über den Proxy-Server (SRI-Server) und die SRI-Schnittstelle konnte im März 2010 erstmals erfolgreich getestet werden. Inzwischen befinden sich diese Komponenten im Routinebetrieb und zeichnen sich durch ihre Stabilität aus.

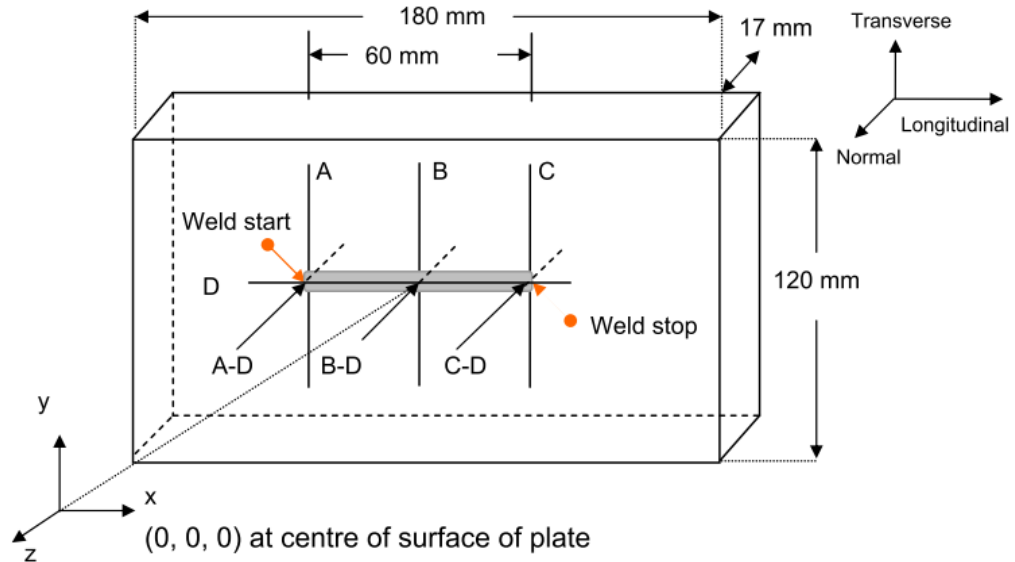
### **5.4.3 Erste robotergestützte Untersuchung an STRESS-SPEC**

Im November 2009 wurden die ersten robotergestützten Eigenspannungs- und Texturuntersuchungen am STRESS-SPEC durchgeführt. Zu diesem Zeitpunkt stand die kontinuierliche Polfiguranalyse mit CARESS noch nicht zur Verfügung (siehe Abschnitt 5.2.1), da der Roboterserver nicht von der Instrumentsteuerungssoftware Inspire angesprochen werden konnte. Deshalb wurden die ersten Texturuntersuchungen unter Verwendung der konventionellen diskreten Methode durchgeführt. Die ersten lokalen Texturuntersuchungen konnten im März 2010 erfolgreich durchgeführt werden. Seit Juni 2010 steht auch die Methode der kontinuierlichen Polfigurmessung bei robotergestützten Untersuchungen zur Verfügung. Erste Tests erfolgten im September 2010 an STRESS-SPEC. Bei diesen Tests wurde die kontinuierliche Polfigurmessen unter Verwendung eines neuen CARESS Moduls durchgeführt. Unter Verwendung dieses Moduls können auch kontinuierliche Polfigurmessungen mit dem konventionellen Probentisch, direkt mit CARESS ohne Verwendung von Inspire, durchgeführt werden (siehe Abschnitt 5.2.1).

#### ***5.4.3.1 Erste robotergestützte Eigenspannungsuntersuchung***

Zur Verifizierung der robotergestützten Methode wurde die Referenzprobe A22 der "Task Group 1" (TG1) des "European Network on Neutron Techniques Standardization for Structural Integrity" (NeT) am STRESS-SPEC vermessen. Bei dieser Referenzprobe handelte es sich um eine gewalzte austenitische 316L Stahlplatte in welche eine 60mm lange Schweißnaht nach dem Metallinertgasschweißverfahren eingebracht wurde (Wimpory et al., 2009). Die Abbildung 5.24 zeigt eine schematische Darstellung der Stahlplatte mit Schweißraupe. In

dieser Darstellung ist Line B (quer zur Schweißraupe) zu erkennen, entlang welcher der Eigenspannungsverlauf in einer Tiefe von 2mm am STRESS-SPEC untersucht wurde.



**Abbildung 5.24:** Schematische Darstellung der A22 Probe mit Schweißraupe (Wimpory et al., 2009)

Die Messung des Dehnungsverlaufs entlang der Line B wurde unter Verwendung des Si {400} Monochromators mit einer Wellenlänge von  $1,55\text{\AA}$  durchgeführt. Diese Wellenlänge erlaubte die Erfassung des austenitischen {311} Reflexes unter  $2\theta \approx 90^\circ$ . Durch die  $90^\circ$  Geometrie konnte ein kubisches Beugungsvolumen von  $8\text{mm}^3$  erfasst werden. Dieses kubische Volumen ist notwendig, um die drei Hauptdehnungsrichtungen (Normal, Longitudinal, Transversal) unter einem identischen Beugungsvolumen zu erfassen. Die Schritte zur Datenaufbereitung sind der Publikation von (Randau et al., 2011) und die Berechnung der Eigenspannungswerte der Publikation von (Hofmann & Wimpory, 2009) zu entnehmen.

Wie Abbildung 5.25 zeigt, war das Beugungsvolumen während der 1. Messung nicht hundertprozentig identisch. Es ist eindeutig zu erkennen, dass das Zentrum der Schweißnaht bei der Longitudinalrichtung und der Transversalrichtung um ca. 1mm verschoben ist. Dies ist auf eine Ungenauigkeit des Roboters beim Kippen der Probe um  $\Delta\chi = 90^\circ$  zurückzuführen. In diesem Fall wurde lediglich zum Messen der Longitudinalrichtung die Probe gekippt, durch die Berechnung der

Eigenspannungstensoren, überträgt sich die Abweichung aber auf die anderen beiden Hauptspannungsrichtungen.

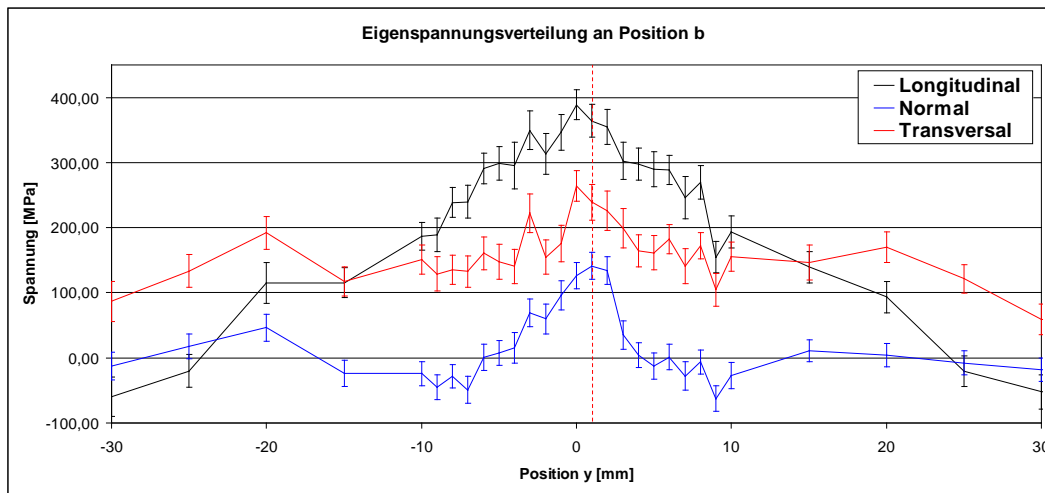


Abbildung 5.25: Spannungsverlauf entlang der Line B in 2mm tiefe.

Um diesen Versatz von ca. 1mm zu korrigieren, wurden nach der 1. Testmessung für jede Probenorientierung Positionsreferenzierungsmessungen durchgeführt. Dabei wurde die Probenoberfläche sukzessive in den Neutronenstrahl gefahren und der gemessene integrale Intensitätsverlauf des gemessenen Reflexes genutzt, um die Position der Probenoberfläche bezüglich des Neutronenstrahls zu berechnen. Anhand dieser Daten konnte der Positionsfehler der 1. Messung direkt bestimmt werden. In diesem Fall ergab sich eine Abweichung in y nach der Kippung der Probe von 0.8mm.

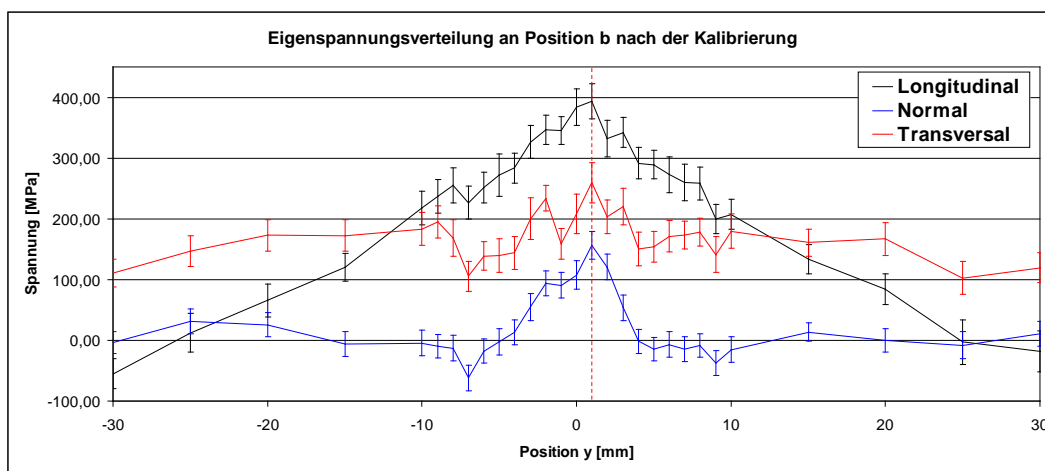
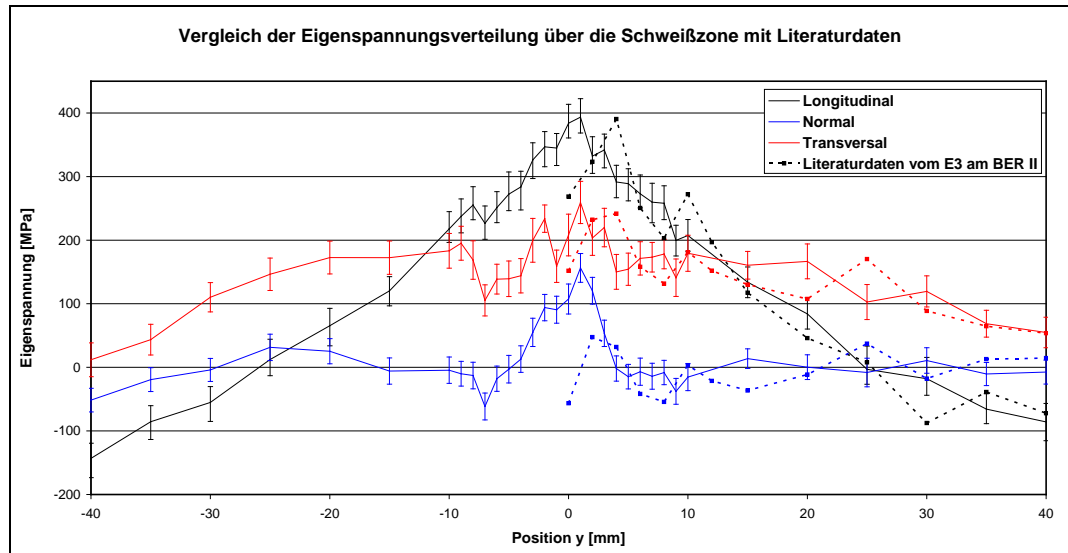


Abbildung 5.26: Spannungsverlauf entlang der Line B in 2mm tiefe, ermittelt nach der Korrektur Roboter-Frame.



Anhand der bestimmten Positionsdaten konnte der Frame des Roboters korrigiert und die 1. Messung wiederholt werden. In Abbildung 5.26 ist der Eigenspannungsverlauf nach der Positionskorrektur zu sehen, die gestrichelte rote Line markiert das Zentrum der Schweißraupe ( $y=1\text{mm}$ ). Im Vergleich zu Abbildung 5.25 ist zu erkennen, dass der Versatz der Longitudinal- und Transversalrichtung nach der Positionskorrektur nicht mehr auftritt.



**Abbildung 5.27: Vergleich des ermittelten Eigenspannungsverlaufs mit Ergebnissen vom E3 aus Berlin (HZB).**

Im Vergleich mit den Neutroneneigenspannungsuntersuchungen an anderen Forschungseinrichtungen ist zu erkennen, dass diese Untersuchung hinreichend genau durchgeführt werden konnte (Wimpory et al., 2009). Die Abbildung 5.27 zeigt die positionskorrigierte robotergestützte Eigenspannungsanalyse vom STRESS-SPEC im Vergleich mit der Untersuchung der selben Probe am E3 des Forschungsreaktors BER II am HZB in Berlin. Es ist gut die Übereinstimmung des Spannungsverlaufes zu erkennen, lediglich im Zentrum der Schweißzone kommt es zu einer Abweichung. Diese Abweichung kann jedoch auf einen unterschiedlich definierten Nullpunkt der Schweißraupenmitte zurückgeführt werden. In diesem Fall ist die Zentrumsabweichung ca. 2mm.

### Fazit

Die erste robotergestützte Eigenspannungsuntersuchung an STRESS-SPEC konnte erfolgreich durchgeführt werden. Es ist jedoch zu beachten, dass die aktuelle absolute Positioniergenauigkeit des Robotersystems mit ca.  $\pm 500\mu\text{m}$  nicht hinreichend genau ist, um Eigenspannungsuntersuchungen mit einem Probenvolumen  $V < 20\text{mm}^3$  durchzuführen. Im detail bedeutet dies, dass einfache Linearbewegungen und Rotationen um  $\varphi$ , bei welchen die einzelnen Roboterachsen kaum verfahren werden, für Eigenspannungsuntersuchungen hinreichend genau durchgeführt werden können. Bei Kippungen der Probe hingegen, ist der Verfahrenaufwand erhöht, was zu einem Anstieg des Positionierfehlers führt. Dieser Fehler kann jedoch durch neutronentechnische Bestimmung der Probenoberflächenposition korrigiert werde.

### 5.4.3.2 Erste robotergestützte globale diskrete Polfigurmessung

Um die Daten der ersten robotergestützten Texturuntersuchung bewerten zu können, wurde die Al7020 Standardprobe vermessen. Diese Messung erfolgte mit ähnlichen Parametern wie die Referenzmessung an STRESS-SPEC im Jahr 2007 (siehe Abschnitt 4.2.1). Lediglich die Wellenlänge des verwendeten Ge {311} Monochromators wurde leicht auf  $1,4\text{\AA}$  verkürzt, um den  $\Delta\theta$  Winkel zwischen den beiden untersuchten {hkl} Reflexen ({111} und {200}) etwas zu reduzieren. Des Weiteren konnte der Abstand zwischen Proben und Detektor von 930mm auf 800mm verringert werden. Die Reduktion des Abstandes wurde durch den geringeren Platzbedarf der Roboterbodenplatte im Gegensatz zum konventionellen Probenstisch möglich. Durch diesen verringerten Abstand konnte der abgedeckte Winkelbereich von  $\Delta 2\theta = 9,8^\circ$  auf  $\Delta 2\theta = 11,5^\circ$  bzw. auf  $\Delta \chi_{2\theta=90^\circ} = 11,5^\circ$  vergrößert werden. Dies ermöglichte den Verzicht einer diskreten  $\chi$  Position. Die robotergestützte Polfigurmessung konnte deshalb mit 9 diskreten  $\chi$  Positionen (siehe Tabelle 5.6) anstatt der bisher verwendeten 10 Positionen (siehe Tabelle 4.3) durchgeführt werden. Gleichzeitig wurde der Detektorüberlappungsbereich leicht gesteigert.

Tabelle 5.6:  $\chi$  Winkel der robotergestützten Al7020 Polfigurmessung

$\chi$ Positionen in °	5	15	25	35	45	55	65	75	85
------------------------------	---	----	----	----	----	----	----	----	----

Die Schrittweite der Probenrotation betrug  $\Delta\varphi=2^\circ$ , dies ermöglicht ein winkelgetreues Polfigurraster mit  $\Delta\beta=2^\circ$ . Um eventuelle Effekte des Roboters auf die Messergebnisse aufzeigen zu können, z.B. leichtes oszillieren der Probe, wurde eine runde Primärblende mit  $d=18\text{mm}$  verwendet. Diese Blende ist nur geringfügig größer als die Diagonale der kubischen Probe mit  $10\text{mm}$  Kantenlänge ( $d=17,3\text{mm}$ ) und ermöglicht daher die Erkennung von Probenpositionierungsfehlern größer als  $\pm 350\mu\text{m}$ . Eventuellen Positionierungsfehler müssten sich in den Polfiguren als leichte Asymmetrie äußern. Die effektive Messzeit pro Messpunkt wurde auf  $30\text{s}$  verlängert, damit Polfiguren mit hinreichend guter Statistik erzeugt werden konnten, um diese eventuellen Effekte zu erfassen.

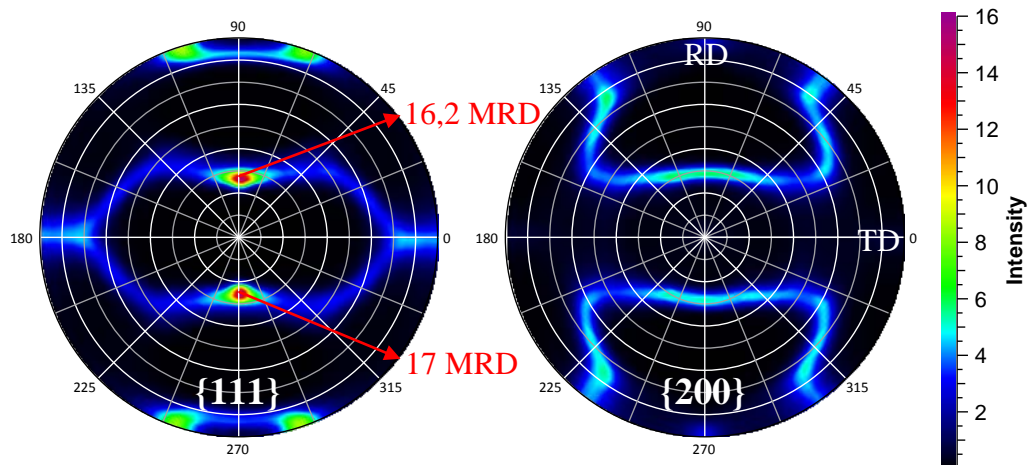


Abbildung 5.28: Experimentelle Polfiguren der robotergestützten diskreten Al7020 Standardprobe im winkelgetreuen  $2^\circ \times 2^\circ$  Raster.

Aus diesen Parametern resultierte eine Gesamtmesszeit von  $18\text{h}$  für eine Detektorposition. Diese Messzeit setzte sich wie folgt zusammen,  $9\varphi$  Bahnen mit je  $180$  diskreten Messpunkte á  $30\text{s}$  Messzeit plus ca.  $10\text{s}$  Positionierzeit pro Messpunkt. Somit wurde die Verfahrenszeit mit dem Roboter im Vergleich mit dem konventionellen Probentisch um ca.  $2\text{s}$  reduziert.

Wie bei den experimentellen Polfiguren in Abbildung 5.28 zu sehen, liegen keine Asymmetrien vor. Es lässt sich schlussfolgern, dass die diskreten Probenpositionen während der gesamten Messung hinreichend genau eingestellt werden konnte. Außerdem dokumentiert der Vergleich dieser Polfiguren mit der im ähnlichen Raster durchgeführten kontinuierlichen Polfigurmessung aus dem Jahr 2009 (siehe Abbildung 5.9) die hohe Reproduzierbarkeit von Texturuntersuchungen an STRESS-SPEC. Die erhöhte maximale Regelung der {111} Polfigur ist auf das etwas kleinere Polfigurfenster zurückzuführen. Das Polfigurfenster dieser Messung betrug in  $\Delta\alpha \approx 4^\circ$  und in  $\Delta\beta \approx 0,35^\circ$ . Es ist jedoch zu beachten, dass bei dieser Messung die Kornstatistik aufgrund der verwendeten diskreten Methode schlechter ist als bei der kontinuierlichen Polfigurmessung aus dem Jahr 2009. Bei der robotergestützten diskreten Messung wurde ca. 1/6 des gesamten Orientierungsbereichs erfasst.

Um die Daten dieser Messung mit den Ergebnissen der kontinuierlichen Texturuntersuchung vergleichen zu können, wurde die OVF mit derselben Software "CUBODF" und denselben Parametern bestimmt (siehe Abschnitt 5.2.2). Dabei wurden die experimentellen Polfiguren vor der Fourierreihenentwicklung ( $L_{\max}=51$ ) orthorhombisch symmetrisiert. Der Vergleich der  $RP_{0.2}$  Fehler zeigt, dass diese Texturanalyse (siehe Tabelle 5.7) im gleichen Gütebereich liegt wie die kontinuierliche Analyse der Al7020 Probe 2009 (siehe Abschnitt 5.2.2). Die etwas stärkere Regelung der Texturkomponenten dieser Untersuchung, kann auf die diskrete Methode und die damit limitierte Anzahl an detektierten Körnern zurückgeführt werden.

**Tabelle 5.7: Texturkomponenten der ersten diskreten Robotergestützten Texturuntersuchung an STRESS-SPEC.**

(110)[-112] Messing	(112)[11-1] Kupfer	(4 4 11) [11 11 -8] Taylor	(123)[63-4] S	(110)[001] Goss	$PR_{0.2}$ {111}	$RP_{0.2}$ {200}
26,2 MRD	38,8 MRD	38,2 MRD	27,1 MRD	5,1 MRD	9,1%	5,4%

### **Fazit**

Abschließend betrachtet war die erste robotergestützte globale Texturuntersuchung an STRESS-SPEC sehr erfolgreich. Es konnten Messergebnisse der Al7020 Referenzprobe aus dem 2009 verifiziert werden. Der Roboter ließ sich durch den im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Roboter-Server über die Instrumentsteuerungssoftware CARESS zuverlässig ansteuern. Die einzelnen diskreten Messpunkte konnten hinreichend genau und mit geringerer Verfahrzeit als beim konventionellen System angefahren werden. Einzige Limitierung des neuen robotergestützten Systems ist die nicht Verfügbarkeit der kontinuierlichen Polfigurmessmethode.

### **5.4.3.3 Erste robotergestützte kontinuierliche globale**

Die erste robotergestützte kontinuierliche Polfigurmessung konnte im September 2010 erfolgreich durchgeführt werden, im Rahmen dessen wurde auch erstmals ein größerer Flächendetektor für Texturuntersuchungen an STRESS-SPEC eingesetzt. Nähere Informationen über diese robotergestützte kontinuierliche Polfigurmessung und den größeren Flächendetektor sind in den folgen Abschnitten (5.6) zu finden.

### **Fazit**

Diese Messung konnte ohne Probleme durchgeführt werden. Ein Routinebetrieb des Roboters für globale Texturuntersuchungen kann nun ohne Einschränkungen gewährleistet werden. Durch die Kombination der Flexibilität des Robotersystems mit der kontinuierlichen Polfigurmessmethode, kann an STRESS-SPEC nun im Bereich Texturanalyse ohne Einschränkungen auf den konventionellen Probentisch verzichtet werden.

## **5.5 Definition des Beugungsvolumen mit Neutronenleiter und Radialkollimator**

Wie bereits in Abschnitt 3.2 beschrieben, weitet sich aufgrund von Divergenzen der Primär- sowie der Sekundärstrahl mit zunehmenden Abstand zwischen Blende und Beugungsvolumen auf. Primärseitig wird die Strahldivergenz vom Fokussierungsgrad des Monochromators dominiert, sekundärseitig ergibt sich die Divergenz aus dem Abstand und der Größe des Flächendetektors. Bei lokalen Untersuchungen schränkt der limitierte Blendenabstand die maximal messbare Probengröße erheblich ein. Ein Ersatz der Blenden ist deshalb bei der Untersuchung von Texturgradienten in komplexen industriellen Anwendungen notwendig. Primärseitig kann dieser Ersatz durch die Verwendung eines fokussierenden Neutronenleiters realisiert werden. Sekundärseitig ist der Einsatz eines Radialkollimators möglich. Dieser absorbiert den Teil des Sekundärstrahls mit hohen Divergenzen und verhindert dadurch die Aufweitung des Strahls. Im Folgenden wird, eine lokale Polfigurvergleichsmessung dargestellt, bei welcher sekundärblendenbasierte Daten mit Daten einer Messung unter Verwendung eines sekundärseitigen Radialkollimators gegenübergestellt werden. Durchgeführt wurden diese Messungen im Rahmen dieser Arbeit am STRESS-SPEC unter Verwendung des konventionellen Probenstisch im Jahr 2008. Zu diesem Zeitpunkt stand am STRESS-SPEC kein fokussierender Neutronenleiter zur Verfügung, weshalb ein möglicher Einsatz hier nur theoretisch erwähnt ist.

Untersucht wurde eine knochenförmige stranggepresste Probe aus einer Mg-ZE10 Legierung, siehe (Brokmeier et al., 2011; Brokmeier et al., 2009). Die Abbildung 5.29 zeigt die Abmaße und die untersuchten Punkte innerhalb der Probe, an welchen lokale Polfigurmessungen durchgeführt wurden. Die beschriebene Vergleichsmessung der beiden Messmethoden, wurde an Punkt 4 durchgeführt. Die anderen Messpunkte wurden auf konventionelle Art, unter Verwendung einer Sekundärblende gemessen. Aufgrund der geringen Ausmaße der untersuchten Probe war dies ohne Behinderungen des Messablaufes durch die eingesetzten Blenden möglich.

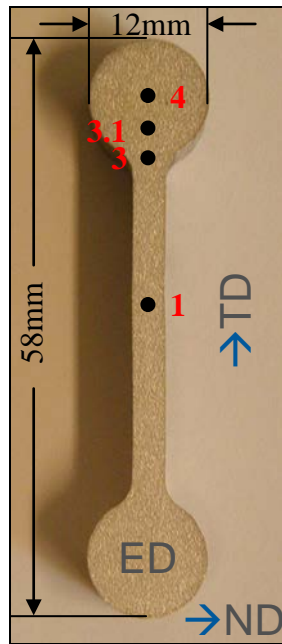


Abbildung 5.29: Stranggepresste Mg-ZE10 Probe, dargestellt mit den untersuchten Punkten.

Für die Bestimmung der OVF von hexagonalen Materialien müssen mindestens vier experimentelle Polfiguren vorliegen (Gan, 2008). Aus diesem Grund wurden vollständige Polfiguren der Reflexe  $\{20.0\}$ ,  $\{11.2\}$ ,  $\{20.1\}$  und  $\{00.4\}$  gemessen. Um das untersuchte Probenvolumen während der lokalen Polfigurmessung möglichst konstant zu halten, wurde die Wellenlänge so gewählt, dass die untersuchten  $\{hkl\}$  Reflexe unter einem Beugungswinkel nahe  $2\theta=90^\circ$  streuen. Nähere Erläuterungen sind Abschnitt 3.1 zu entnehmen. Die Abbildung 5.30 zeigt die Diffraktogramme der beiden bei dieser Messung genutzten Detektorpositionen. Durch die Anpassung der Wellenlänge konnte die Detektorposition nahezu konstant gehalten werden. Eine Positionierung des Detektors bei Winkelwerten von  $2\theta > 90^\circ$  ist an STRESS-SPEC beim Einsatz der Eulerwiege nicht möglich, da der  $\chi$ -Kreis der Eulerwiege bei Winkeln von  $\omega$  bzw.  $\theta > 45^\circ$  mit der Primärblende kollidiert.

Durchgeführt wurden die lokalen Polfigurmessungen an STRESS-SPEC im kontinuierlichen Verfahren. Es wurde versucht ein zylindrisches Beugungsvolumen mit  $d=2\text{mm}$  und  $h=2\text{mm}$  zu realisieren. Eingesetzt wurde deshalb eine runde Primärblende mit einem Durchmesser von  $d=2\text{mm}$  und eine vertikale sekundäre Schlitzblende mit 2mm Öffnungsbreite. Aufgrund der Probengröße,

kann der Einfluss der Absorptionseffekte durch das umliegende Probenmaterial, auf die Polfiguren vernachlässigt werden.

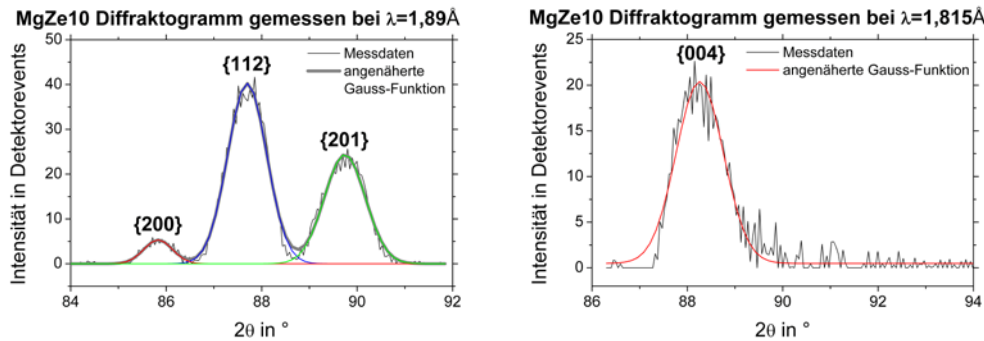


Abbildung 5.30: Summendiffraktogramme einer gesamten Polfigurmessung der Mg-ZE10 Probe. Dargestellt sind die beiden Detektorpositionen, zu beachten ist die Variation der Wellenlänge.

### 5.5.1 Vergleichsmessung mit Radialkollimator

Bei der Vergleichsmessung unter Verwendung des Radialkollimators konnte das gleiche Beugungsvolumen realisiert werden, da der Radialkollimator konstruktionsbedingt einen Brennfleck mit einer Breite von 2mm hat.

In Abbildung 5.31 sind die experimentellen Polfiguren (Punkt 4) der beiden Vergleichsmessungen zu sehen. Um die Daten quantifizierbar Vergleichen zu können, wurden die RP-Fehler der OVF von beiden Datensätzen ermittelt und in der Tabelle 5.8 gegenübergestellt. Diese RP-Fehler zeigen eindeutig, dass durch den Einsatz des Radialkollimators die Ergebnisse der konventionellen Messung reproduziert werden konnten. Anhand der Normierungswerte der einzelnen Polfiguren konnte die Effizienz der beiden Methoden verglichen werden. Durch die Absorption eines Teils der in der Probe gestreuten Strahlung im Radialkollimator sinkt der Neutronenfluss am Detektor. Im arithmetischen Mittel der vier gemessenen Polfiguren, hat die Radialkollimator basierte Messung eine Effizienz von 80,5% mit einer Standardabweichung von  $\pm 4,55\%$  bezüglich der blendenbasierten Messung. Die Interpretation der Ergebnisse folgt.



**Fazit**

Die Vergleichsmessungen haben eindeutig gezeigt, dass für die sekundärseitige Definition des Beugungsvolumens die konventionellen Blenden durch einen Radialkollimator ersetzt werden können. Es ist jedoch zu beachten, dass der Einsatz eines solchen Radialkollimators die Effizienz des Instruments um ca. 20% senkt.

**Tabelle 5.8: Vergleich der RP-Fehler der Polfigurmessungen an Punkt 4.**

<b>RP<sub>1</sub>-Fehler in %</b>	<b>{20.0}</b>	<b>{11.2}</b>	<b>{20.1}</b>	<b>{00.4}</b>
<b>Sekundärblende</b>	4.1	3.5	2.3	1.8
<b>Radialkollimator</b>	3.5	3.1	2.3	1.8

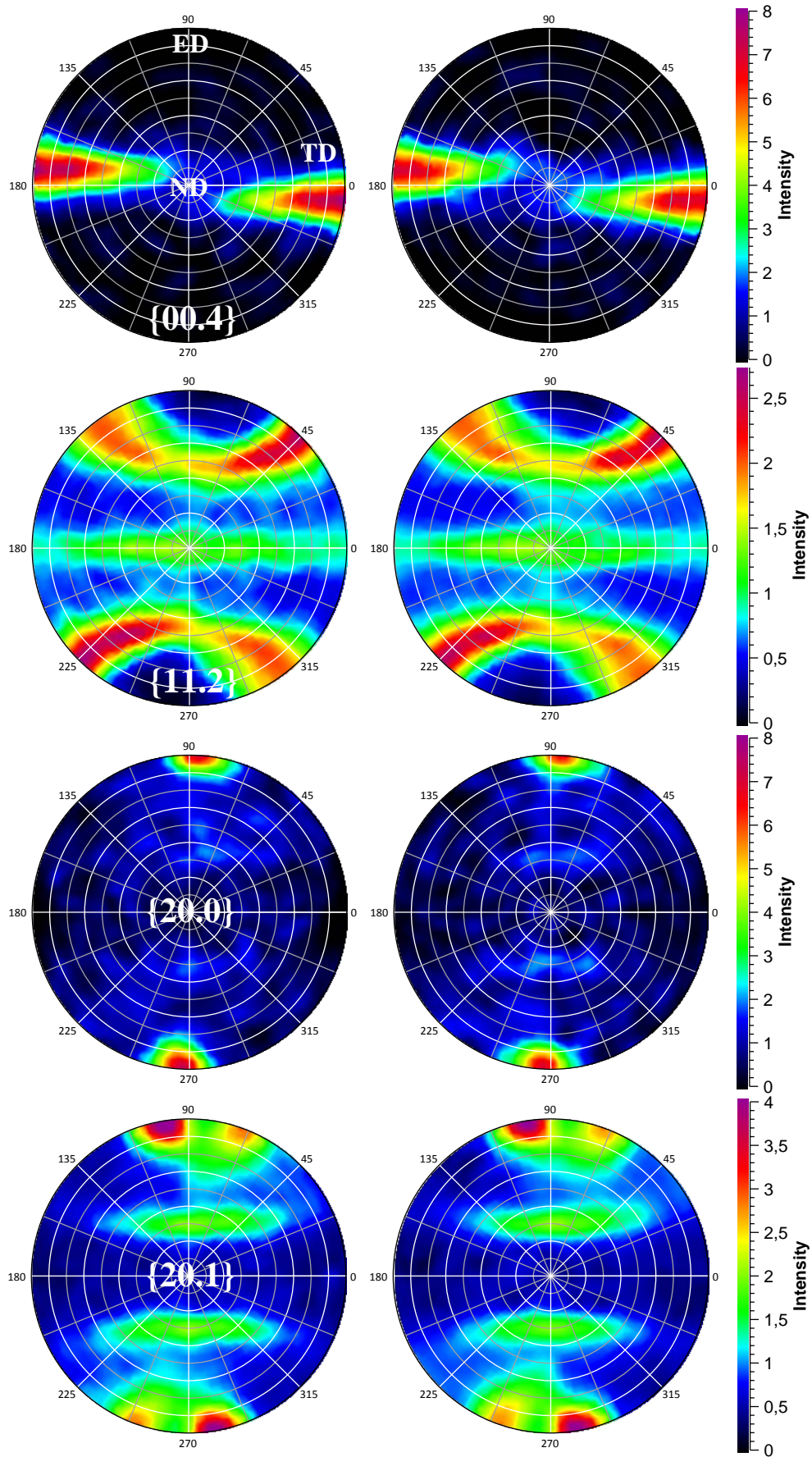


Abbildung 5.31: Vergleich der experimentellen Polfiguren P4 (links konv., rechts Radialkol.)

### 5.5.2 Analyse des Texturgradienten der knochenförmigen Mg-ZE10 Probe

In der knochenförmigen stranggepressten Mg-ZE10 Probe werden in den verschiedenen Abschnitten unterschiedliche Vorzugorientierungen erwartet. Aufgrund der hohen Prozesstemperatur beim Strengpressen von Magnesium wird in der gesamten Probe eine starke Rekristallisationskomponente vermutet. Außerdem ist davon auszugehen, dass im Abschnitt von Punkt 1 eine Walz- oder Rechteckstrangpresstextur vorherrscht und im Bereich von Punkt 4 eine rotations-symmetrische Fasertextur (Rundstrangpresstextur) dominiert.

Die Rekristallisation von Mg Legierungen bildet eine  $\langle 10\text{-}10 \rangle$  basal Faser-texturkomponente bzw. ab Prozesstemperaturen von  $550^\circ\text{C}$  eine  $(11\text{-}20)$   $[10\text{-}10]$  Texturkomponente aus (Wang, 2003).

Die Fasertextur von rundstranggepresstem Magnesium wird in der Literatur als  $\langle 10.0 \rangle$  Faserkomponenten angegeben, mit den Flächennormalen der Basalebene im rechten Winkel zur Flussrichtung des Materials, siehe (H.-G. Brokmeier et al., 2009).

Walztexturen hingegen sind in hexagonalen Materialien von der aktivierten Gleitebene abhängig. Dabei werden drei grundsätzliche Kategorien in Abhängigkeit des  $c/a$  Teilers unterschieden. Ist die  $c$ -Achse mehr als 1,633 mal länger als die  $a$ -Achse, entsteht eine Zwillingsbildung der Flächennormalen der Basalebene, dabei neigen sich die Zwillinge bis zu  $\pm 25^\circ$  in Extrusionsrichtung (ED). In diesem Fall wird die als pyramidal  $(11\text{-}2\text{-}2)$   $[11\text{-}23]$  bezeichnete Gleitebene aktiviert. Ist hingegen der Teiler zwischen  $c/a$  nahezu 1,633 wie bei purem Magnesium, dann wird das basale Gleitsystem aktiviert. Es entsteht eine  $(0002)$   $[11\text{-}20]$  Komponente. Der dritte mögliche Fall ist, dass der Teiler kleiner als 1,633 ist. In diesem Fall entsteht ein Zwilling der basal Flächennormalen mit einer Ausbreitung in Transversalrichtung. Diese Komponenten wird als prismatisch  $(1\text{-}100)$   $[11\text{-}20]$  bezeichnet (Agnew et al., 2001).

Zur Ermittlung des Verlaufs der Texturkomponenten, wurden die lokalen Polfigurmessungen an den einzelnen Punkten der knochenförmigen Probe mit den gleichen Parametern wiederholt. Die experimentellen Polfiguren dieser Messungen sind dem Anhang A zu entnehmen.

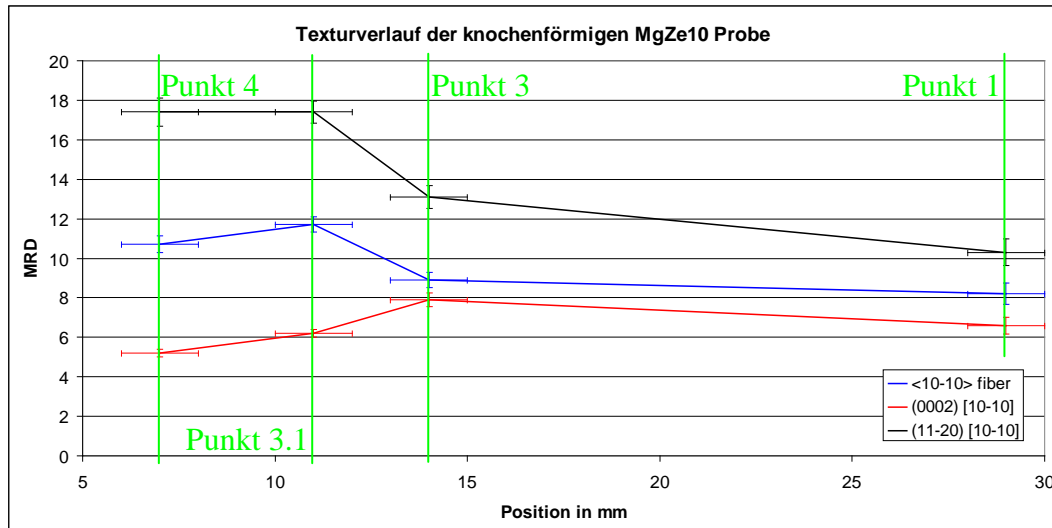
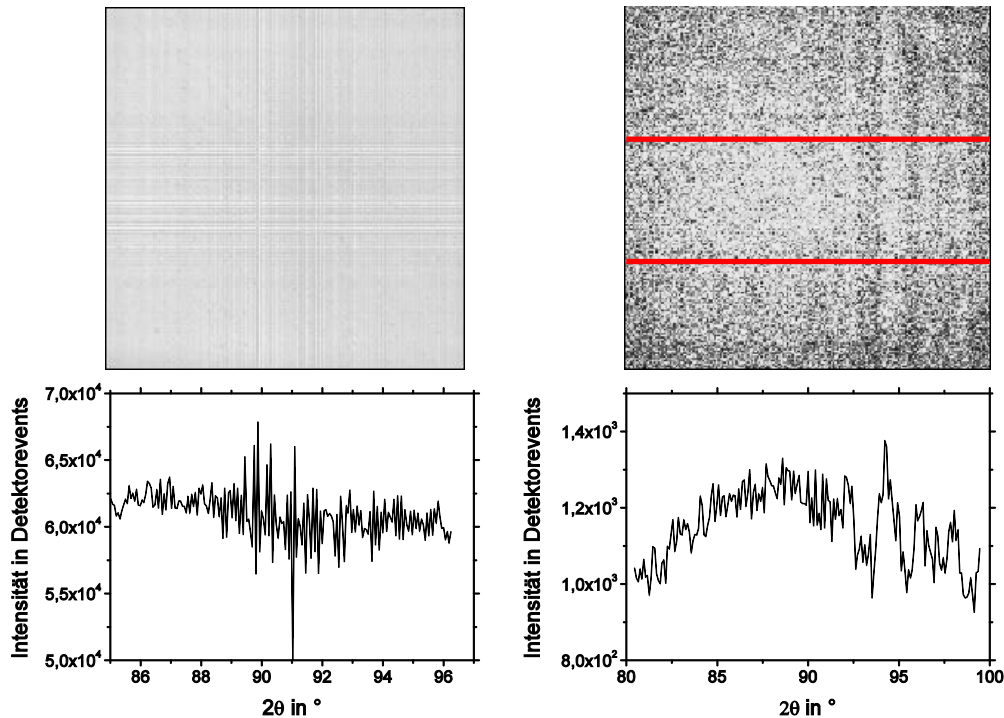


Abbildung 5.32: Texturkomponentenverlauf über die knochenförmige Mg-ZE10 Probe.

In Abbildung 5.32 ist der Verlauf der Texturkomponenten dargestellt. Die Positionen der x-Achse sind bezüglich der Probenoberkante angegeben. Deutlich zu erkennen ist, dass die Rekristallisationskomponente (11-20) [10-10], im Diagramm schwarz eingezeichnet, beim sich nähern der Verjüngung an Punkt 3 schwächer wird und im Stegbereich der Probe an Punkt 1 weiter abnimmt. Dies ist einerseits darauf zurückzuführen, dass im Stegbereich eine stärkere Verformung der Probe erfolgte und andererseits auf den Abkühlungsgradienten der Probe. Es ist davon auszugehen, dass der Stegbereich aufgrund der verringerten Dicke bedeutend schneller abkühlte. Des Weiteren zeigte sich ein Abfall der  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  basal Fasertexturkomponente und ein Anstieg der (0002) [10-10] Deformationskomponente im Stegbereich der Probe. Dies lässt auf einen Unterschied in der Deformationsart in den verschiedenen Bereichen der Probe schließen. Es ist davon auszugehen, dass im runden Abschnitt ein radialsymmetrischer Prozess dominiert, während im Stegbereich walzähnliche Bedingungen vorherrschen.

## **5.6 Effizienzsteigerung durch Vergrößerung der Detektorfläche**

Im Mai 2010 konnte am STRESS-SPEC ein neuer  $^3\text{He}$  basierter Flächendetektor installiert werden. Die Daten des alten Detektors sind Kapitel 4.2 zu entnehmen. Der neue Detektor ist, mit einer Nachweiswahrscheinlichkeit von über 50% bei  $1,6\text{\AA}$ , leistungsfähiger und mit einer Detektierfläche von  $A=270\times 270\text{mm}^2$  auch größer als der zuvor an STRESS-SPEC eingesetzte Flächendetektor. Dies bieten für Texturuntersuchungen zwei wesentliche Vorteile. Einerseits kann die Messzeit pro Orientierungsbereich bei gleicher Messstatistik gesenkt werden und andererseits kann durch die vergrößerte Detektorfläche ein größerer  $\gamma$  Bereich erfasst werden. Dies reduziert die Anzahl der benötigten diskreten Probenkippspositionen erheblich. Negativ wirken sich hingegen die leicht reduzierte Ortsauflösung des neuen Detektors mit ca.  $3\times 3\text{mm}^3$  und die stärkere Inhomogenität der Nachweiswahrscheinlichkeit aus. Die Homogenitätsuntersuchung des neuen Detektors erfolgte durch eine Vanadiummessung an STRESS-SPEC. In Abbildung 5.33 sind die Inhomogenitäten der beiden Detektoren im Vergleich zu sehen. Die dort dargestellten Diffraktogramme stellen eine vertikale Integration der Intensitäten des jeweiligen Histogrammes dar. Da der neue Detektor vertikal eine stärkere Variation der Nachweiswahrscheinlichkeit aufweist, wurde lediglich das markierte Intervall integriert. Es ist eindeutig zu erkennen, dass die Variation des neuen Detektors mit  $\pm 20\%$  doppelt so hoch ist, wie die des alten Detektors ( $\pm 10\%$ ). Aus diesem Grund ist eine Korrektur der Nachweiswahrscheinlichkeit bei Untersuchungen mit dem neuen Flächendetektor unbedingt notwendig. Eine solche Korrektur wird vollautomatisch von "STeCa" unterstützt (siehe Abschnitt 5.1.1). Die schlechtere Ortsauflösung des neuen Flächendetektors stellt für Texturuntersuchungen kein Problem dar, da eine Reflextrennung bei den untersuchten Proben ohne Probleme möglich ist. Zu beachten ist jedoch, dass sich das Polfigurfenster in der  $\alpha$ -Richtung latent vergrößert haben muss. Eine genaue Untersuchung steht aktuell (Stand 2011) noch aus.

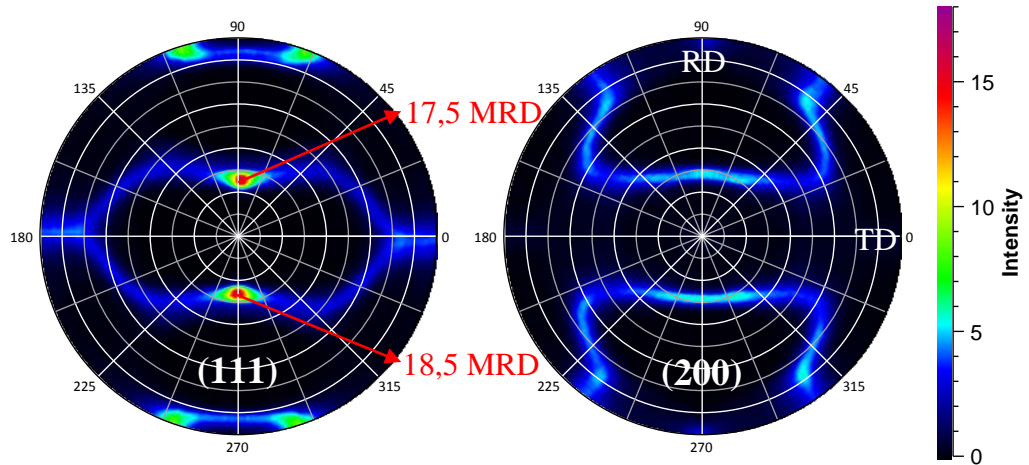


**Abbildung 5.33: Vergleich der Inhomogenitäten:** Es wird Histogramm sowie Diffraktogramm des alten Detektors (links) und des neuen Detektors (rechts) dargestellt.

Im Folgenden werden die Daten einer Referenzmessung mit der Al7020 Standardprobe präsentiert. Diese erste, robotergestützte, kontinuierliche, globale Polfigurmessung unter Verwendung des neuen Detektors wurde mit folgenden Parametern durchgeführt:

Es wurde der Ge {311} Monochromator verwendet, um einen Neutronenstrahl mit einer Wellenlänge von  $\lambda=1,55\text{\AA}$  zu erzeugen. Durch die größere Detektorfläche konnte, bei dem verwendeten Probe- Detektor Abstand von 800mm, ein Bereich von  $\Delta\gamma_{2\theta=90^\circ}=18,65^\circ$  bei  $2\theta=90^\circ$  erfasst werden. Aus diesem Grund ist eine vollständige Polfigurmessung mit 5 diskreten  $\chi$  Positionen möglich. Die Untersuchung der Al7020 Probe wurde jedoch mit 8 diskreten  $\chi$  Positionen durchgeführt, um den Überlappungsbereich der einzelnen Histogramme zu erhöhen. Durch die kontinuierliche Methode konnten Detektorhistogramme in einem Intervall von  $\Delta\varphi=1^\circ$ , ohne Zeitverlust aufgenommen werden (siehe Abschnitt 5.2). Bei dieser Testmessung betrug die Messgeschwindigkeit  $\Delta t=10\text{s}/^\circ$ . Durch die hohe Ausleserate des Detektors konnten die aufgenommenen Detektordaten passend für ein  $1^\circ \times 1^\circ$  Raster analysiert werden. Das Polfigurfenster beträgt bei dieser Art der Datenanalyse in  $\Delta\alpha \approx 3^\circ$  und in  $\Delta\beta \approx 1,4^\circ$ . Wie die

Abbildung 5.34 zeigt, konnte durch dieses verringerte Polfigurfenster die Polfigurschärfe der  $\{111\}$  Polfigur exakter bestimmt werden, als bei der kontinuierlichen Polfigurmessung aus dem Jahr 2009 (siehe Abbildung 5.9).



**Abbildung 5.34:** Experimentelle Polfiguren der Al7020 Probe, kontinuierlich robotergestützt gemessen an STRESS-SPEC mit dem neuen Flächendetektor.

Die Bestimmung der OVF erfolgte mit derselben Software und den gleichen Parametern wie bei der Vergleichsmessung im Abschnitt 5.2.2. In Tabelle 5.9 ist eindeutig zu erkennen, dass die einzelnen Texturkomponenten der Al7020 Standardprobe, durch das kleinere Messintervall ( $\Delta\varphi=1^\circ$ ) besser aufgelöst werden konnten. Im Vergleich zu den Messungen der Al7020 Probe an STRESS-SPEC und HARWI-II (siehe Tabelle 5.3) ist zu erkennen, dass die bestimmten Texturkomponenten dieser Untersuchung größer sind als bei der STRESS-SPEC Messung mit  $\Delta\varphi=2,5^\circ$ , jedoch kleiner als bei der HARWI-II Messung mit  $\Delta\varphi=1^\circ$ . Dies belegt exakt die Theorie aus Abschnitt 5.3.1 in welcher postuliert wird, dass durch das größere Polfigurfenster an STRESS-SPEC auch bei gleichem  $\Delta\varphi$  die Texturauflösung von HARWI-II nicht erreicht werden kann. Anhand der etwas erhöhten RP-Fehler dieser Messung lässt sich erkennen, dass die OVF-Bestimmung aus diesen hochauflösenden Polfiguren, mit lediglich 51 C-Koeffizienten, nicht exakt genug ist.

**Tabelle 5.9: Texturkomponenten und RP-Fehler der robotergestützten hochauflösenden Texturuntersuchung an STRESS-SPEC.**

(110)[-112]	(112)[11-1]	(4 4 11)[11 11 -8]	(123)[63-4]	(110)[001]	RP <sub>0,2</sub>	RP <sub>0,2</sub>
Messing	Kupfer	Taylor	S	Goss	{111}	{200}
28,4	42	42,1	26,1	5,1	9,9%	6,6%

### Fazit

Durch den neuen Detektor kann die benötigte Messzeit für Texturuntersuchungen an STRESS-SPEC signifikant gesenkt werden. Die verbesserte Nachweiswahrscheinlichkeit ermöglicht eine Messzeitreduktion um ca. 70% und die vergrößerte Detektierfläche erlaubt eine Messzeiteinsparung von ca. 45%. Zusammen ergibt sich somit eine Gesamtersparnis von ca. 83,5% durch den neuen Flächendetektor. Die Einflüsse durch die höhere Inhomogenität des neuen Detektors können durch automatische Korrekturverfahren softwaregestützt problemlos korrigiert werden, wie die hervorragenden Messergebnisse belegen.

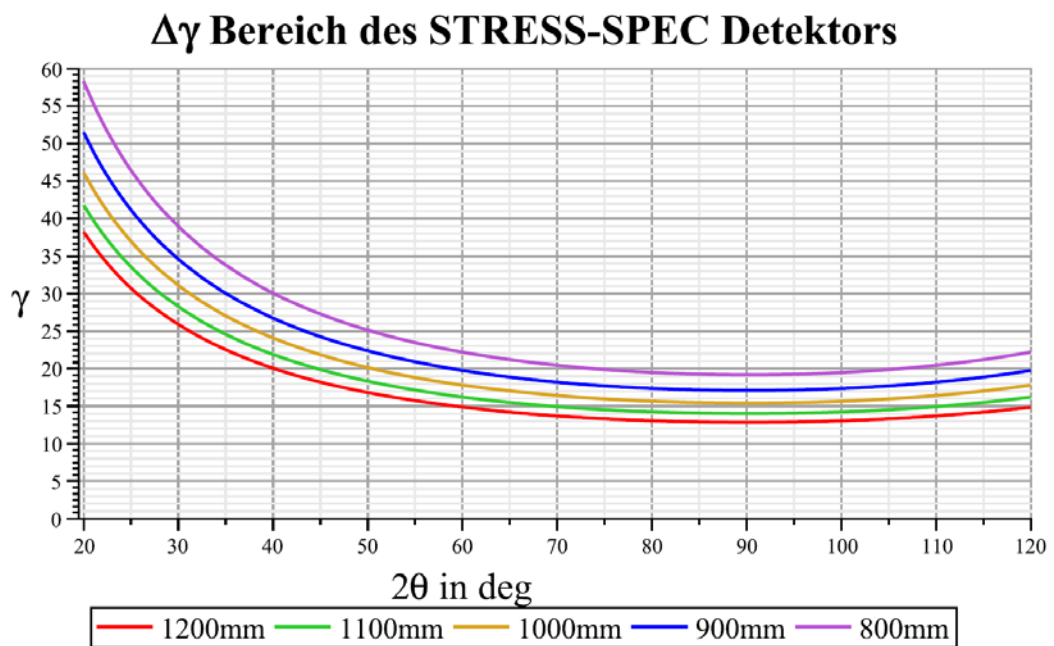
## 5.7 Effizienzsteigerung durch Messung von flächentreuen Rasterpunkte mit Flächendetektoren

Die Anzahl der zu messenden Probenorientierung bei der Bestimmung einer vollständigen Polfigur kann durch die Verwendung eines flächentreuen Polfigurrasters reduziert werden. Bei einer flächentreuen Darstellung sinkt die Anzahl der benötigten Polfigurpunkte entlang eines Breitengrades (entlang  $\beta$ ) mit kleiner werdendem  $\alpha$  Winkel (nahe dem Pol). Durch die Verwendung von Flächendetektoren wird für jede Probenorientierung ein  $\Delta\alpha$  Bereich erfasst, was die Effizienzsteigerung durch ein flächentreues Rasters reduziert. Der erfasste  $\Delta\alpha$  Bereich entspricht näherungsweise dem, durch den Detektor abgedeckten,  $\Delta\gamma$  Bereich, wenn  $\Delta\gamma$  nahezu  $0^\circ$  groß ist. Die Bestimmung von  $\alpha$  für  $\Delta\gamma \gg 0^\circ$  wird in Abschnitt 5.1.2 beschrieben. Für die Berechnung der benötigten Probenorientierungen ( $\varphi$  Positionen) einer  $\chi$  Ebene muss der größte vom Detektor erfasste  $\alpha$  Winkel verwendet werden. Dieser berechnet sich für eine diskrete Probenposition wie folgt:



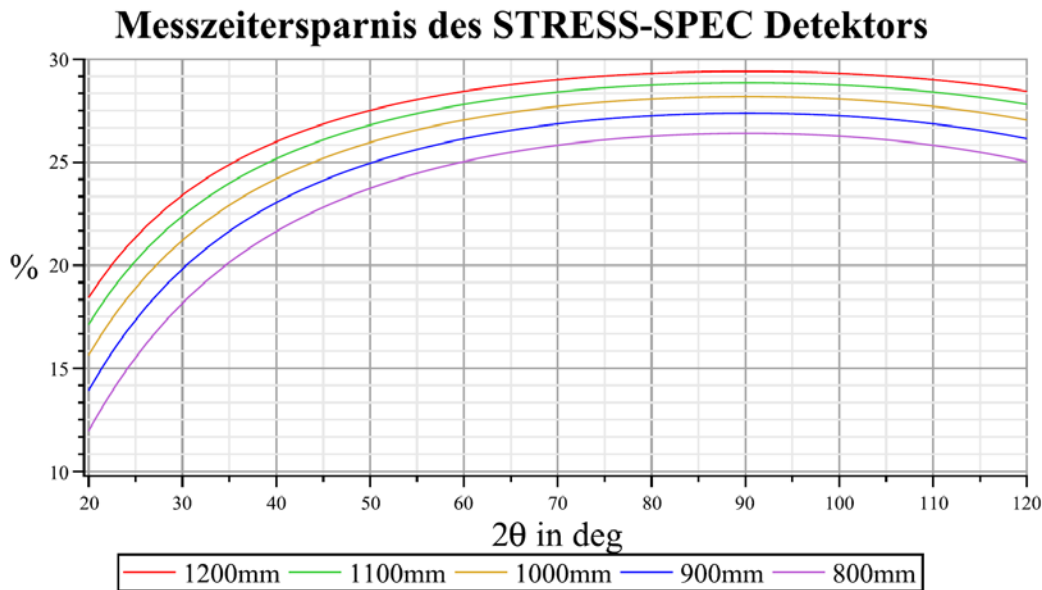
$$\alpha_{\max} = \chi + \frac{\Delta\gamma}{2} \big| \Delta\gamma \approx 0^\circ \quad (5.19)$$

Der vom Detektor erfasste  $\Delta\gamma$  Bereich ist abhängig vom Abstand  $d$  zwischen Probe und Detektor, von der Detektorgröße und vom  $2\theta$  Winkel des betrachteten (hkl) Reflexes (siehe Abbildung 5.1). Die Abbildung 5.35 stellt diesen Zusammenhang für 5 typische Detektorabstände des neuen Flächendetektors von STRESS-SPEC dar. Eine detaillierte Beschreibung des neuen Flächendetektors ist Kapitel 5.6 zu entnehmen.



**Abbildung 5.35:** Erfasster  $\Delta\gamma$  Bereich in Grad des STRESS-SPEC Detektors für die Abstände  $d=800\text{mm}$  bis  $d=1200\text{mm}$ .

Aufgrund des größer werdenden  $\Delta\gamma$  Bereiches sinkt die Messzeitersparnis mit kleiner werdendem  $2\theta$  Winkel. Die Abbildung 5.36 zeigt die mögliche Messzeitersparnisse an STRESS-SPEC für die gleichen 5 Detektorabstände in Abhängigkeit des  $2\theta$  Winkels.



**Abbildung 5.36:** Messzeiterparnis in Prozent des STRESS-SPEC Detektors für die Abstände  $d=800\text{mm}$  bis  $d=1200\text{mm}$ .

### Fazit

Am STRESS-SPEC kann, unter Verwendung des konventionellen Proben-tisches, die Rotationsgeschwindigkeit des  $\varphi$  Kreises nicht automatisch geändert werden. Aufgrund dieser Limitierung war eine Kombination von kontinuierlicher Polfigurmessung mit dem flächengetreuen Raster an STRESS-SPEC zur Zeit dieser Arbeit nicht möglich. Deshalb konnten diese Überlegungen nicht durch eine Messung validiert werden. Inzwischen wäre durch die Integration der kontinuierliche Methode in die Instrumentsteuerungssoftware CARESS, unter Verwendung des Roboters, die Kombination mit einem flächengetreuen Raster möglich. Auf diese Weise ließe sich eine Messzeiterparnis, je nach  $2\theta$  Winkel, von bis zu 25% erreichen.

## 6 Robotergestützte lokale Texturuntersuchung an STRESS-SPEC

Eine lokale robotergestützte Texturuntersuchung an STRESS-SPEC wurde im Rahmen dieser Arbeit erstmalig im März 2010 durchgeführt. Zu dieser Zeit stand die Methode der robotergestützten kontinuierlichen Polfigurmessung an STRESS-SPEC noch nicht zur Verfügung, weshalb die einzelnen Messpunkte konventionell diskret angefahren werden mussten. Untersucht wurde während dieser Messzeit eine rotationsreibgeschweißte Fügeverbindung zwischen Aluminium und austenitischem Edelstahl. Auf den folgenden Seiten wird nach einer detaillierten Beschreibung der Probe die experimentelle Durchführung am STRESS-SPEC dokumentiert. Anschließend werden die Ergebnisse präsentiert und diskutiert.

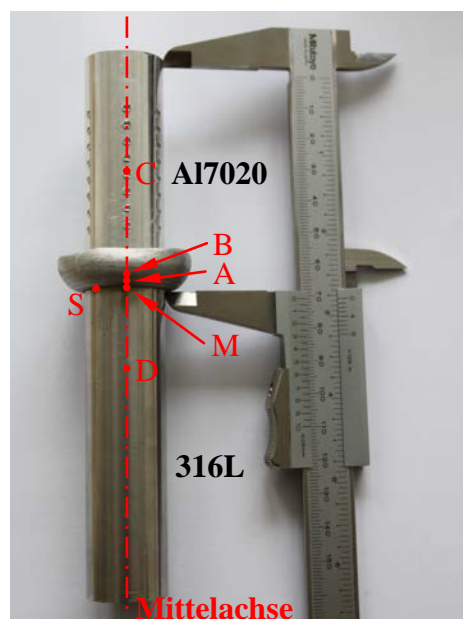
### 6.1 *Rotationsreibschweißverbindung Al7020 - 316L*

Beim Rotationsreibschweißen handelt es sich um eine Methode zur Erstellung permanenter Fügeverbindungen. Dabei muss mindestens ein Fügeteil eine rotationssymmetrische Fügezone aufweisen. Die zum Fügen notwendige Energie entsteht bei diesem Prozess ausschließlich durch Reibung, welche aus der Relativbewegung zwischen den beiden unter Druck stehenden Fügeteilen resultiert. Um die Fügeverbindungseigenschaften zu verbessern, können die Fügeteile jedoch vorgeheizt werden. Durch reibrührschweißen lassen sich die unterschiedlichsten Materialkombinationen fügen, aus diesem Grund wird diese Methode weitverbreitet angewendet. Beispielsweise werden Rohre von Bohrgestängen oder Auslassventile an Verbrennungsmotoren auf diese Art verschweißt.

Am STRESS-SPEC wurde eine Rotationsreibschweißverbindung aus rostfreiem austenitischem CrNiMo-Stahl 316L und Aluminium Al7020 untersucht. Hergestellt wurde diese Verbindung vom “Light-weight Materials Assessment, Computing and Engineering Centre (ACE)” des HZG mit den folgenden Parametern.

**Zitat:** "Auf den Proben (Durchmesser = 24 mm, Länge von 316L = 100 mm, Länge von AA7020 = 90 mm) lastete ein Reibdruck von 190 MPa während der Reibphase. Nachdem in dieser Phase die Reibverkürzung von 3.2 mm erreicht wurde, wurde die Rotation gestoppt, wobei in der Abbremsphase immer noch der Druck von 190 MPa anlag. Nach dem Stillstand wurde der Reibdruck von 190 MPa auf den Stauchdruck von 320 MPa erhöht. Nach 5.0 s endete die Stauchphase, d.h. Druckentlastung von 320 MPa auf 0. In der Stauchphase hat sich die Reibverkürzung von 3.2 mm auf 11.5 mm erhöht. Die plastische Verformung fand ausschließlich auf der AA7020-Seite nahe der Grenzfläche statt. Der gesamte Fügevorgang dauerte ca. 7 s. Die Drücke waren in axialer Richtung wirksam." (Ventzke, 2010)

Der Stahl 316L wurde vor dem Reibschweißprozess 45 min lang auf  $500\pm 10^\circ\text{C}$  vorgewärmt und danach direkt mit dem AL7020 Füge teil unter den oben genannten Parametern und einer Drehzahl von 1476 U/min gefügt.



**Abbildung 6.1:** An STRESS-SPEC untersuchte Rotationsreibschweißverbindung mit eingezeichneten Messpunkten.

Auf diese Weise wurden zwei Proben hergestellt (siehe Abbildung 6.1), eine dieser Probe wurde vom ACE für metallographische Untersuchungen präpariert, die andere Probe stand für zerstörungsfreie Neutronendiffraktionsexperimente zur Verfügung. Die mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM) aufgenommenen

Schliffbilder zu sehen in Abbildung 6.2 zeigen eindeutig, dass die Fügezone der Verbindung wenige  $\mu\text{m}$  breit ist. Diese Aufnahmen lassen des weiteren einzelne Einschlüsse im austenitischem Fügeteil erkennen.

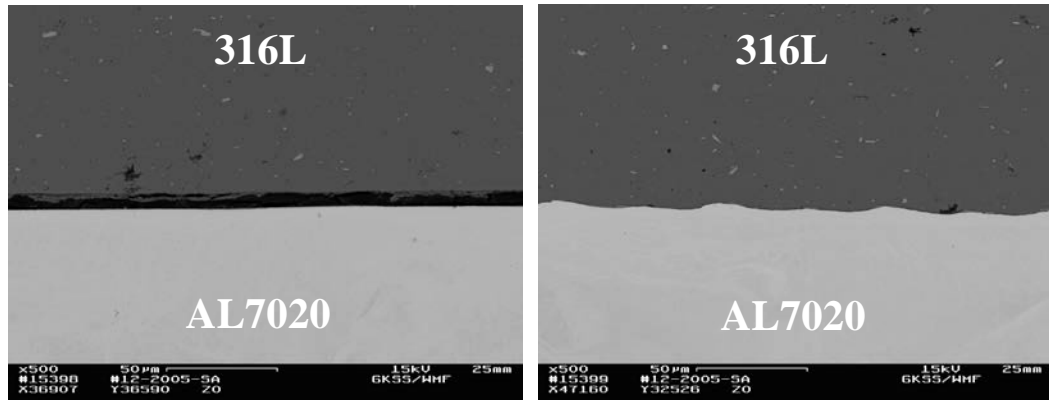


Abbildung 6.2: REM aufnahmen der Fügezone (Al7020 - 316L), links ist die Probenmitte (Punkt M) und rechts der Rand (Punkt S) dargestellt (aufgenommen von Volker Ventzke).

Die durchgeführten Mikrohärteuntersuchungen lassen auf eine Ausdehnung der Wärmeeinflusszone in axialer Richtung von ca.  $\pm 7\text{mm}$  schließen, siehe Abbildung 6.3. Durchgeführt wurden diese Untersuchungen vom ACE.

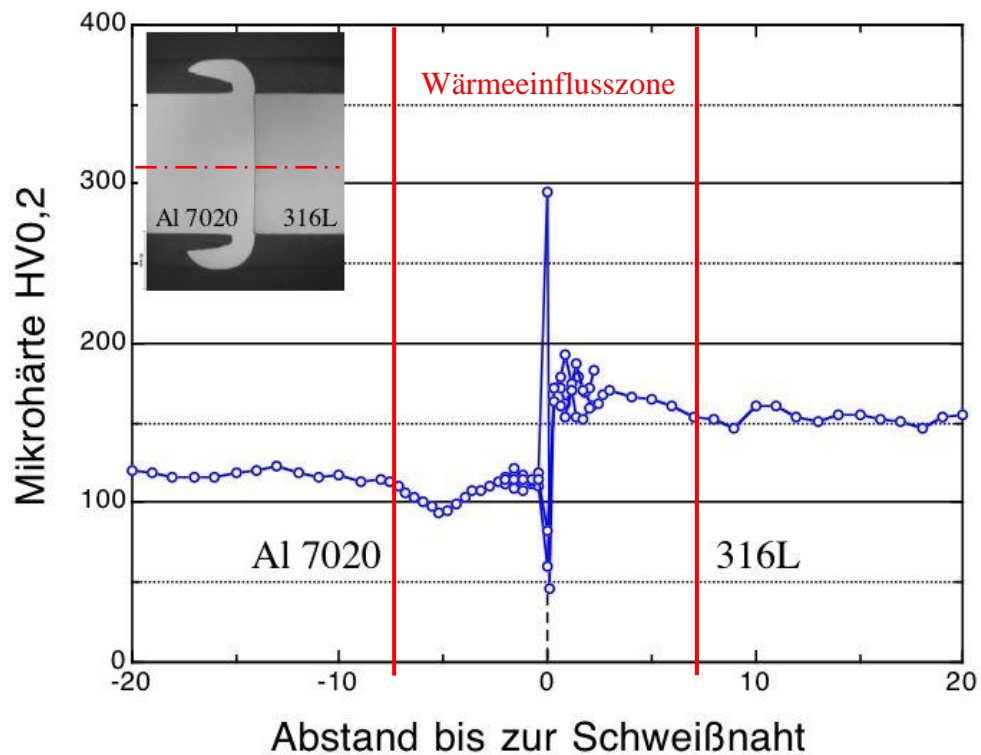


Abbildung 6.3: Mikrohärteverlauf entlang der Mittelachse, Punkt M=0mm (Volker Ventzke)

## **6.2 Lokale Textur- und Eigenspannungsuntersuchungen an der Al7020 - 316L Fügezone**

Am STRESS-SPEC wurden der Eigenspannungsverlauf und der Texturgradient entlang der Mittelachse untersucht. Bei diesen Untersuchungen musste aufgrund der Probengröße das robotergestützte Probenpositioniersystem eingesetzt werden, um die Limitierung des Z-Verfahrenbereichs der Eulerwiege zu überwinden. Aufgrund der kreiszylindrischen Probenform kann bei Texturuntersuchungen dieser Materialien der Einfluss durch Absorption an Neutronendiffraktometern theoretisch vernachlässigt werden. Durch diese Probenform ergibt sich bei Polfigurmessungen die Weglängenvariation ausschließlich aus der Probenkipfung. Weil bei diesen Untersuchungen alle Polfigurmessungen bei Detektororientierungen von  $2\theta < 90^\circ$  durchgeführt wurden, liegt der vom Neutronenstrahl zu durchdringende Probendickenunterschied bei maximal  $\Delta l_{\max} \leq \sqrt{2}$  (siehe Formel (6.1)).

$$\Delta l_{\max} = \frac{1}{\cos(\varphi)} \quad (6.1)$$

Die Extremwerte der zu durchdringenden Probendicke ergeben sich hierbei, bei den Probenorientierungen  $\chi=0^\circ$  ( $l_{\min}$ ) und  $\chi=90^\circ$  ( $l_{\max}$ ). Aus diesen Werten resultiert für den Aluminiumprobenteil mit einem Durchmesser von  $d=24\text{mm}$  ein maximaler Absorptionsunterschied von 1,5% bei  $\lambda=1,69\text{\AA}$ . Im Stahlprobenteil gleichen Durchmessers beträgt der maximale Unterschied hingegen ca. 10% bei  $\lambda=1,76\text{\AA}$ . Dieser Absorptionsunterschied von 10% kann bei Texturen mit einer Vorzugsregelung von mehr als 3MRD vernachlässigt werden. In der folgenden Auswertung der 316L Ausgangstexturuntersuchungen muss der Absorptionseinfluss hingegen berücksichtigt und korrigiert werden.

### 6.2.1 Ausgangstexturen der verschweißten Teilkomponenten

Zur Beschreibung der Texturvariation, wurden zunächst die Ausgangstexturen der Füge­teile ermittelt. Hierzu wurden lokale Polfigurmessungen im austenitischen Proben­teil 50mm entfernt von der Fügezone (Punkt D) und im Aluminium­proben­teil 40mm von der Fügezone entfernt (Punkt C) durchgeführt.

Um Messzeit zu sparen wurden die Messungen in diesen Bereichen an einem für lokale Texturuntersuchungen großen Beugungsvolumen durchgeführt. Dies war möglich, da in diesen Bereichen keine Texturvariation erwartet wird. Der Al7020 Teil wurde unter Verwendung einer runden Primärblende mit  $d=5\text{mm}$  und einer  $x=5\text{mm}$  breiten Sekundärblende untersucht. Im Stahlteil hingegen musste das Beugungsvolumen aufgrund der Korngröße auf  $d=10\text{mm}$  und  $x=10\text{mm}$  vergrößert werden, um eine hinreichende Kornstatistik zu erhalten. In der Literatur sind Korngrößen von  $d=20\mu\text{m}$  bis  $200\mu\text{m}$  für 316L Edelstahl angegeben (Spruiell et al., 1973; Varma et al., 1994).

Außerdem ist bei diesen Messungen das Verhältnis zwischen Kernvolumen und maximal Volumen nicht relevant, solange das durch die Blende definierte Beugungsvolumen das Probenvolumen nicht verlässt. Deshalb konnten Wellenlängen für die Untersuchungen verwendet werden, bei welchen der sich ergebende Winkel  $2\theta$  stark von den idealen  $90^\circ$  abweicht (siehe Abschnitt 3.1). Die verwendeten Wellenlängen,  $2\theta$  Winkel und Beugungsvolumen der gemessenen (hkl) Reflexe sind der Tabelle 6.1 zu entnehmen.

**Tabelle 6.1: Instrumentparameter der Ausgangstexturuntersuchungen**

	Al7020 {111}	Al7020 {200}	Al7020 {220}	316L {111}	316L {200}	316L {220}
<b>Monochromator</b>	Ge {311}	Ge {311}	Ge {311}	PG {004}	PG {004}	PG {006}
<b><math>\lambda</math> in Å</b>	1,69	1,69	1,69	1,76	1,76	1,17
<b><math>2\theta_{\text{Detektor}}</math> in °</b>	42	49	72	50	58	54
<b><math>V_{\text{Kern}}</math> in <math>\text{mm}^3</math></b>	65,5	65,5	65,5	524	524	524
<b><math>V_{\text{max}}</math> in <math>\text{cm}^3</math></b>	1,7	1,2	0,5	8,9	6,3	7,4

Für die Texturuntersuchung des Aluminiumprobenteils mussten Polfigurmessungen unter zwei Detektorpositionen durchgeführt werden. Bei der Messung des 316L Probenteils konnten hingegen alle Polfiguren mit einer Detektorposition erfasst werden, da  $\lambda$  2/3 des PG Monochromators für die Untersuchung des austenitischen {220} Reflexes mitgenutzt werden konnte.

In Abbildung 6.4 sind die experimentellen Polfiguren des Al7020 Ausgangsmaterials nach zwei Rotationen zusehen. Es ist eine typische Aluminiumwalztextur zu erkennen. In der untersuchten Probe lag die Walzrichtung des Aluminiumausgangsbleches parallel zur Axialrichtung der Probe. Die OVF wurde mit der Software "CUBODF" unter der Annahme einer orthorhombischen Prozesssymmetrie entwickelt. Bei der Entwicklung wurden 47 Fourierkoeffizienten ermittelt. Die berechneten  $RP_{0.2}$  Fehler und Texturkomponenten der Al7020 Ausgangstextur sind Abbildung 6.9 zu entnehmen.

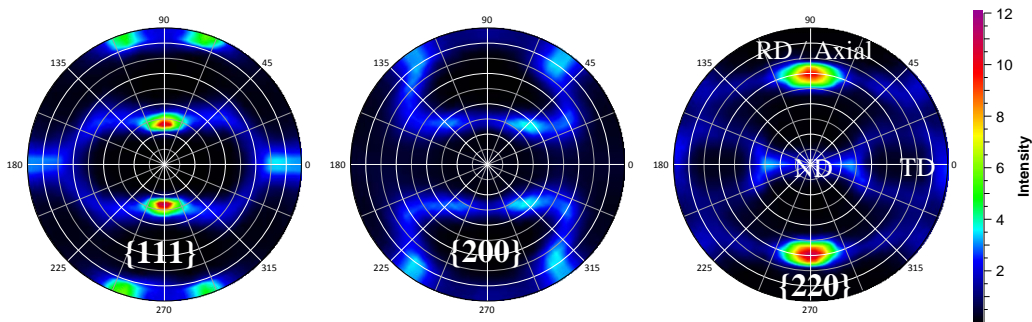


Abbildung 6.4: Experimentelle Polfiguren des Al Ausgangsmaterials dargestellt in  $5^\circ \times 5^\circ$ .

Die experimentellen Polfiguren des austenitischen Stahlausgangsmaterials sind in Abbildung 6.5 dargestellt. Aufgrund der Korngröße, musste die Polfigurauflösung auf  $10^\circ \times 10^\circ$  reduziert werden. Da die Textur des Stahls jedoch nahezu regellos ist, konnte die Auflösung ohne Informationsverluste verringert werden.

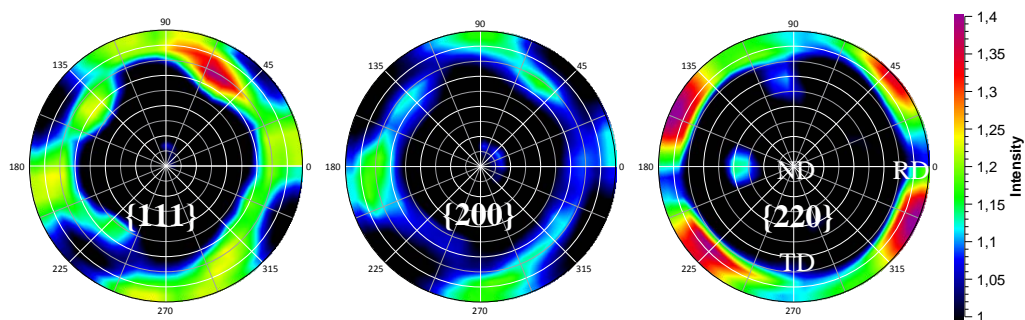


Abbildung 6.5: Ausgangspolfiguren des 316L Teils unkorrigiert, dargestellt in  $10^\circ \times 10^\circ$ .



Wie eingehend beschrieben müssen die Absorptionseffekte, aufgrund der schwachen Regelung dieser experimentellen Polfiguren, berücksichtigt werden. Zur Korrektur der Absorptionseinflüsse, wurden der lineare Absorptionskoeffizient  $\mu$  für die untersuchte Legierung und die beiden verwendeten Wellenlängen ermittelt. In einer Datenbank des "National Institute of Standards and Technology" (NIST) wird ein  $\mu=0,273$  1/cm für  $\lambda=1,17\text{\AA}$  und ein  $\mu=0,354$  1/cm für  $\lambda=1,76\text{\AA}$ , für die Legierung X2CrNiMo18-14-3 mit einer Dichte von  $\rho = 8,0\text{g/cm}^3$ , angegeben. Anhand dieser Daten wurden reziproke normalisierte Absorptionspolfiguren ermittelt. Durch die Multiplikation der experimentellen Polfiguren mit diesen Absorptionspolfiguren konnten direkt die korrigierten Polfiguren bestimmt werden (dargestellt in Abbildung 6.6).

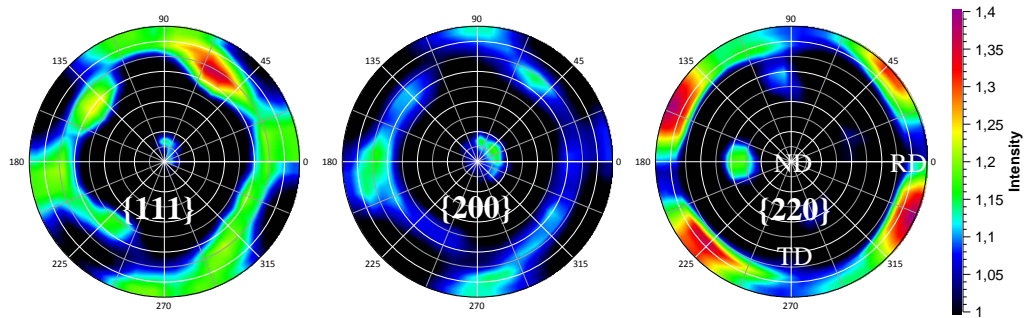


Abbildung 6.6: Ausgangspolfiguren des 316L Probesteils korrigiert, dargestellt in  $10^\circ \times 10^\circ$ .

Die OVF wurde mit  $L_{\max}=36$  unter der Annahme einer orthorhombischen Prozesssymmetrie entwickelt. Anhand der RP-Fehler in Tabelle 6.2 lässt sich der Erfolg der Absorptionskorrektur dokumentieren. Die ungenügende Kornstatistik ist mutmaßlich Ursache für die hohen RP-Fehler trotz Korrektur. Abbildung 6.7 zeigt die Signifikanten OVF-Schnitte, die ermittelten Texturkomponenten sind Tabelle 6.2 zu entnehmen. Die Würfellage und  $\gamma$ -Faser sind typische Rekristallisationskomponenten einer KFZ Struktur und deuten daher auf ein warm gewalztes Edelstahlblech (Samajdar et al., 1997).

Tabelle 6.2: Texturkomponenten und RP-Fehler der 316L Ausgangstextur.

316L	Würfel (001)[100]	Y (111)[112]	$\gamma$ -Faser {111}    ND	RP <sub>0.2</sub> {111}	RP <sub>0.2</sub> {200}	RP <sub>0.2</sub> {220}
unkorrigiert	-	-	-	21%	4,6%	3,5%
korrigiert	1,4MRD	1,4MRD	1,2MRD	16%	2,6%	4,7%

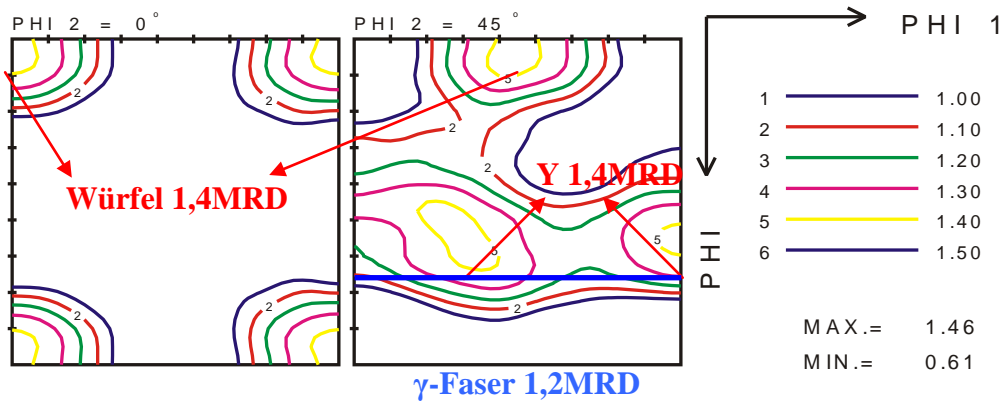


Abbildung 6.7: OVF-Schnitte der absorptionskorrigierten Auswertung der 316L Ausgangstextur. Skala in MRD dargestellt.

## 6.2.2 Texturgradient nahe der Al7020 - 316L Fügezone

Nach der Bestimmung der Ausgangstexturen wurde der Texturgradient innerhalb der Wärmeeinflusszone untersucht. Die exakte Lage der Fügezone konnte anhand der Eigenspannungsuntersuchung ermittelt werden. An der ermittelten Position (Punkt M in Abbildung 6.1) wurde zur Übersicht ein Diffraktogramm aufgenommen (dargestellt in Abbildung 6.8). Es ist jedoch zu beachten, dass dieses Diffraktogramm nicht für eine Phasenanalyse herangezogen werden kann, da in diesem Probenbereich Vorzugsorientierungen der einzelnen Phasen vermutet werden.

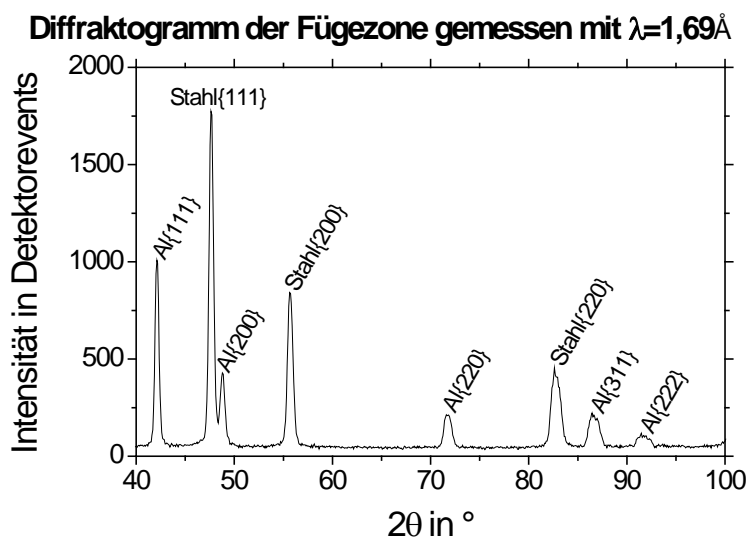


Abbildung 6.8: Diffraktogramm der Rotationsreibschweißverbindung aufgenommen an der Fügezone.

Anschließend wurden lokale Texturuntersuchungen im Aluminium Probenteil an den Punkt A (1mm entfernt von der Fügezone) und Punkt B (2mm entfernt von der Fügezone) durchgeführt. Die Instrumentparameter der einzelnen Polfigurmessungen sind Tabelle 6.3 zu entnehmen. Im austenitischen Probenteil, konnten aufgrund der Korngröße keine lokalen Texturuntersuchungen nahe der Fügezone durchgeführt werden. Es ist jedoch davon auszugehen, dass dieser Bereich unter Verwendung der kontinuierlichen Polfigurmessmethode untersuchbar gewesen wäre. Da durch die Verwendung der konventionellen Methode ca. 92% der im Probenvolumen enthalten Körner nicht erfasst werden konnten.

**Tabelle 6.3: Instrumentparameter der Texturgradientenuntersuchung**

	<b>Monochromator</b>	<b><math>\lambda</math> in Å</b>	<b><math>2\theta_{\text{Detektor}}</math> in °</b>	<b><math>V_{\text{Kern}}</math> in mm<sup>3</sup></b>	<b><math>V_{\text{max}}</math> in mm<sup>3</sup></b>
<b>Punkt M {111}</b>	Ge {311}	1,8	45,5	14	301
<b>Punkt M {200}</b>	Ge {311}	1,8	52,5	14	214
<b>Punkt A {111}</b>	PG {200}	2,05	54	4,2	59,3
<b>Punkt A {220}</b>	PG {400}	1,36	54	4,2	59,3
<b>Punkt B {111}</b>	PG {200}	2,05	54	14	200
<b>Punkt B {200}</b>	PG {200}	2,05	58,5	14	167
<b>Punkt B {220}</b>	PG {400}	1,36	58,5	14	167

Der ermittelte Texturgradient innerhalb des Aluminiums, dargestellt in Abbildung 6.9, deuten eindeutig auf eine Abnahme der Deformationskomponenten innerhalb der Wärmeeinflusszone dieser Schweißverbindung. Des Weiteren ist ein leichter Anstieg der Goss Rekristallisationskomponente nahe der Fügezone zu erkennen. Die exakte Prozesstemperatur des Fügevorganges ist unbekannt. Es ist aber davon auszugehen, dass in der Fügezone mehr als 500°C herrschten und sich von diesem Maximum innerhalb der Wärmeeinflusszone ein

Temperaturgradient ausbildete. Dieses Temperaturgefälle ist Ursache des gemessenen Texturgradienten.

### Texturkomponenten des Al7020 Probenteils

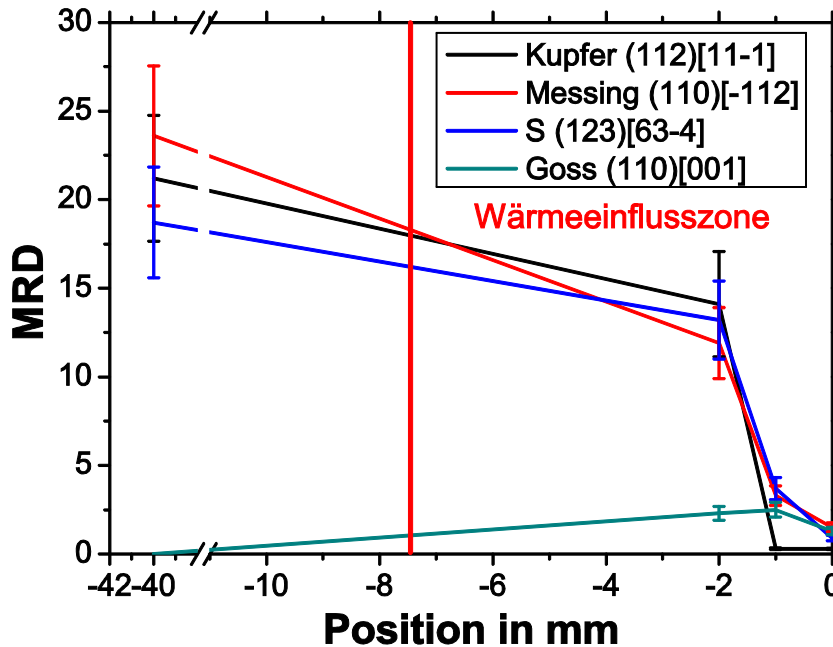


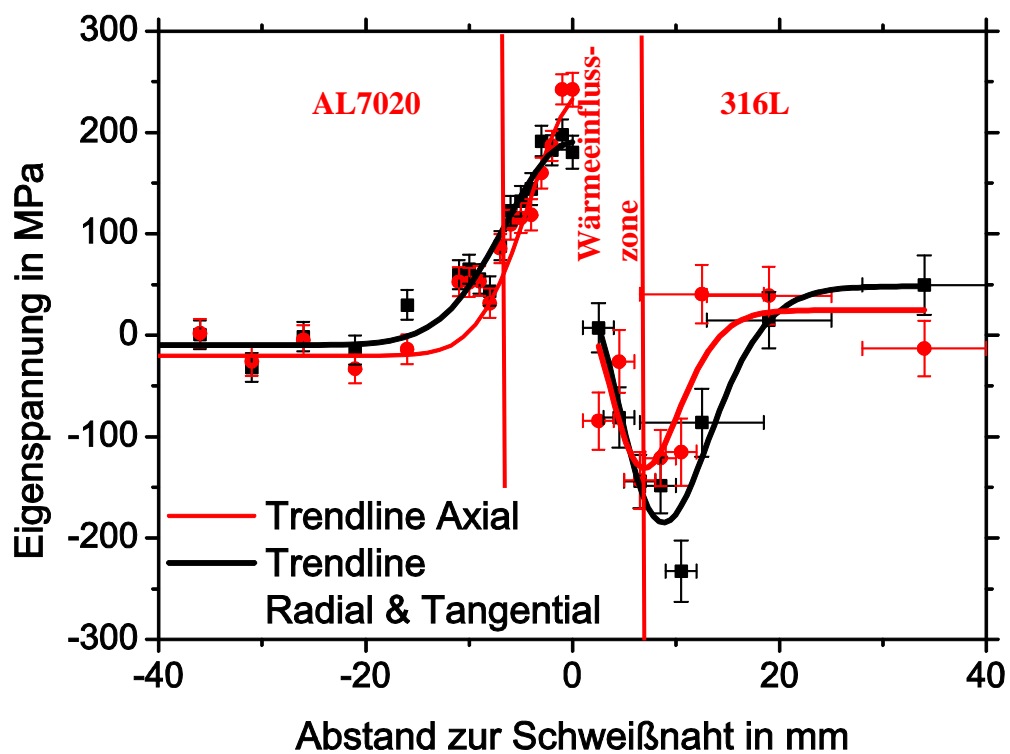
Abbildung 6.9: Texturgradient entlang der Mittelachse der Al7020 Probenseite innerhalb der Wärmeeinflusszone.

Die einzelnen Texturkomponenten wurden mit der Software "CUBEODE" unter Verwendung der gleichen Parameter, wie bei der Analyse der Al7020 Ausgangstextur, berechnet. Die ermittelten Polfiguren der einzelnen lokalen Untersuchungen sind der Anlage B zu entnehmen.

### 6.2.3 Eigenspannungsuntersuchung innerhalb der Wärmeeinflusszone

Die Eigenspannungsuntersuchung wurden entlang der Mittelachse (siehe Abbildung 6.1) quer über die Fügezone durchgeführt. Die Messung der Dehnungen erfolgte hierbei unter Verwendung des Si {400} Monochromators mit einer Wellenlänge von  $\lambda=1,711\text{\AA}$  im Al7020 Probenteil und  $\lambda=1,53\text{\AA}$  im 316L Probenteil. Die  $D_0$  Messung wurden für beide Probenteile ca. 40mm entfernt von der Fügezone in Radialerrichtung nahe der Probenoberfläche auf der Zylinder-

mantelseite durchgeführt. Es ist davon auszugehen, dass in radialer Richtung nahe der Manteloberfläche das Material eigenspannungsfrei ist. In beiden Probenbereichen wurde an den einzelnen Messpunkten ein Probenvolumen von  $2 \times 2 \times 2 \text{ mm}^3$  untersucht. Auf der Stahlseite mussten aufgrund der Korngröße mehrere Messpunkte für die Datenanalyse zusammengelegt werden (Wimpory et al., 2010). Dies wird in Abbildung 6.10, welche den aus diesen Dehnungsmessungen ermittelten Eigenspannungsverlauf zeigt, durch die X-Achsenfehlerbalken dargestellt. Diese Eigenspannungsuntersuchung erhärtet die aus den Mikrohärteuntersuchungen geschlossene Ausdehnung der Wärmeeinflusszone.



**Abbildung 6.10: Eigenspannungsverlauf entlang der Mittelachse über die Schweißnaht.**

Eine komplette Beschreibung der Eigenspannungsentwicklung nahe der Fügezone ist anhand von Messungen entlang der Mittelachse nicht möglich. Es ist aber davon auszugehen, dass aufgrund der unterschiedlichen Schmelztemperaturen der beiden Materialien die Stahlseite während der Stauchphase viskoser war. Dies würde die in axialer Richtung gespeicherte Druckspannung auf der 316L Seite erklären, welche durch die axiale Zugspannung auf der Al7020 Seite kompensiert wird (siehe Abbildung 6.10). Diese Zugspannung entstand während

der Abkühlung der Probe durch das zusammenziehen des Materials. Ähnliche Eigenspannungsverläufe wurden auch bei anderen Untersuchungen an RFW Fügezonen zwischen Materialien mit unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten festgestellt (Jun et al., 2008).

Der Eigenspannungsverlauf in radialer Richtung lässt sich auf der Aluminiumseite ebenfalls auf das zusammenziehen des Materials beim Abkühlen zurückführen. Durch die Entstehung eines Temperaturgradienten von der Manteloberfläche entlang des Radius zum Zylindermittelpunkt, erkaltet das Zylinderinnere zuletzt. Dieser Prozess lässt radiale Zugspannungen im Inneren entstehen, die durch radiale Druckspannungen nahe der Zylinderoberfläche kompensiert werden. Um die Entstehung der Druckspannungen auf der Stahlseite in radialer Richtung zu verstehen, müsste ein komplettes Spannungsfeld der Wärmeeinflusszone aufgenommen werden.

### ***6.3 Fazit der ersten robotergestützten lokalen Untersuchung an STRESS-SPEC***

Während der Messzeit im März 2010 konnten sowohl lokale Texturuntersuchungen als auch Eigenspannungsuntersuchungen robotergestützt an einer rotationsreibgeschweißten Aluminium-Stahl Fügeverbindung erfolgreich durchgeführt werden. Einschränkend ist zu erwähnen, dass durch die zu diesem Zeitpunkt noch nicht zur Verfügung stehende Methode der kontinuierlichen Polfigurmessung in Verbindung mit dem Robotersystem, am Stahlteil keine lokalen Texturuntersuchungen möglich waren. Inzwischen wurde dieses Defizit im Rahmen dieser Arbeit behoben, siehe Abschnitt 5.4.3.3. Bei der Texturuntersuchung des 316L Edelstahlausgangsmaterials, wurde für der Polfigurberechnung erstmals das Absorptionskorrekturverfahren (siehe Abschnitt 5.3) erfolgreich an STRESS-SPEC angewendet.

Somit konnten währen dieser Messzeit zwei für lokale Texturuntersuchungen an STRESS-SPEC relevante Bestandteile erfolgreich getestet werden.

# 7 Schlussfolgerungen

Die zerstörungsfreie Untersuchung von Texturgradienten mittels Diffraktionsmethoden stellt sowohl an die Instrumentierung als auch an die Datenauswertung erhebliche Anforderungen. Im Folgenden werden diese speziellen Anforderungen im Einzelnen erläutert.

### a) **Definition des Beugungsvolumens**

Für die Untersuchung von Texturgradienten ist es notwendig einzelne lokale Texturen orts aufgelöst zu bestimmen. Dabei ist die Größe des zu untersuchenden lokalen Probenvolumens an die Auflösung des erwarteten Gradienten anzupassen. Von Bedeutung ist hierbei, dass das definierte Beugungsvolumen unter allen für die Messung notwendigen Probenorientierungen, nahezu dem zu untersuchenden lokalen Probenvolumen entsprechen muss. Diese Bedingung lässt sich an Synchrotron-diffraktometern aufgrund des verfügbaren Wellenlängenbereichs nicht realisieren. Nähere Informationen diesbezüglich sind dem Abschnitt 3.1 zu entnehmen.

### b) **Blendenabstand**

Die präzise und über verschiedene Probenorientierungen konstante Definition des Beugungsvolumens erfordert eine scharfe Abbildung des Primär- sowie des Sekundärstrahls. Diese scharfe Abbildung ist aufgrund von Divergenzen (siehe Abschnitt 3.2) nur durch einen geringen Blendenabstand zum Beugungsvolumen realisierbar. Am STRESS-SPEC limitiert sich dadurch der maximale Abstand der Primär- bzw. Sekundärblende je nach Instrumentkonfiguration auf 2cm bis 5cm.

### c) **Messzeit**

Aufgrund der notwendigen Reduktion des zu untersuchenden lokalen Probenvolumens bei orts aufgelösten Texturuntersuchungen nimmt die benötigte Messzeit signifikant zu. Der Zusammenhang zwischen der benötigten Messzeit und der Verringerung der Größe des Beugungsvolumens kann für das Neutronendiffraktometer STRESS-SPEC bis zu

einem Volumen von  $V=10\text{mm}^3$  als umgekehrt linear proportional angenommen werden (siehe Abschnitt 3.3).

d) **Absorptionseinflüsse**

Die Schwächung der Strahlintensität durch Wechselwirkungsprozesse mit dem untersuchten Material (Absorption) darf bei der Untersuchung eines lokal definierten Beugungsvolumens nicht vernachlässigt werden. Für lokale Texturuntersuchungen ist Neutronenstrahlung aufgrund des bei materialwissenschaftlich interessanten Werkstoffen geringeren Absorptionsquerschnittes besser geeignet als harte Röntgenstrahlung. Weitere Ausführungen finden sich in Abschnitt 3.4.

e) **Probenpositionierung**

Die Handhabung und automatische Positionierung großer industrieller Proben ist mit einem auf konventionellen Eulerwiegen basierenden Positioniersystem nicht möglich. Eine detaillierte Beschreibung ist Abschnitt 3.5 zu entnehmen.

f) **Korngrößenlimitierung**

Durch die Reduktion des Beugungsvolumens kommt es zu einer Verringerung der während einer Messung erfassten Anzahl von Körnern. Bei Texturuntersuchungen kann es aufgrund dessen zu Problemen mit der Kornstatistik kommen. Für eine konventionelle Texturuntersuchung an STRESS-SPEC würde dies bedeuten, dass bei einem Beugungsvolumen von  $V = 8\text{mm}^3$  ein mittlerer Korndurchmesser von  $d = 20\mu\text{m}$  nicht überschritten werden darf (siehe Abschnitt 3.6).

Durch verschiedene instrumentspezifische Erweiterungen sowie neue Mess- und Korrekturmethode entstand ein neues Verfahren zur zerstörungsfreien Untersuchung von Texturgradienten am Neutronendiffraktometer STRESS-SPEC. Im Rahmen dieser Entwicklung ist es gelungen die oben aufgeführten speziellen Anforderungen zu erfüllen. Nachfolgend werden die positiven Auswirkungen der einzelnen Weiterentwicklungsschritte beschrieben.



### 1) **Definition des Beugungsvolumens ohne Blenden**

Um die Limitierung durch den Blendenabstand (Punkt b) an STRESS-SPEC zu überwinden wurde der Einsatz eines Radialkollimators getestet. Dieser ersetzt die Sekundärblenden und schafft, aufgrund seines Abstandes von 20cm zum definierten Beugungsvolumen, Platz für Untersuchungen großer Industrieproben. Die Vergleichsmessungen aus Abschnitt 5.5 zeigen, dass der Einsatz des Radialkollimators den Neutronenfluss am Detektor um lediglich 20% senkt. Primärseitig kann durch den Einsatz von Neutronenleitern eine Blende vermieden werden. An STRESS-SPEC steht ein fokussierender Neutronenleiter mit einem 2x2 mm<sup>2</sup> großen Brennfleck zur Verfügung. Dieser endet 12cm vom Fokuspunkt entfernt und bietet dadurch ausreichend Platz für komplexe Proben. Gleichzeitig erhöht er den Neutronenfluss bei einer für Texturuntersuchungen typischen Instrumentkonfiguration ( $\lambda = 1.6\text{\AA}$ ) um ca. 50% (Joana Rebelo-Kornmeier et al., 2009).

### 2) **Korrektur von Absorptionseinflüssen**

Absorptionseinflüsse lassen sich bei lokalen Texturuntersuchungen nicht vermeiden. Auf Basis einer analytischen Beschreibung dieser Einflüsse wurde eine Methode zur Korrektur von experimentellen Polfigurdaten entwickelt, welche durch Absorptionseffekte beeinflusst werden. Eine Testuntersuchung am Synchrotrondiffraktometer HARWI-II konnte diese neue Methode erfolgreich validieren (siehe 5.3.2). Im Rahmen besagter Untersuchung wurden Bereiche von Polfiguren mit Intensitätsschwächungen um einen Faktor von 250 erfolgreich korrigiert. Der Transfer dieser Methode von Synchrotrondiffraktion zur Neutronendiffraktion gelang exemplarisch am STRESS-SPEC (siehe Abschnitt 6.2.1).

### 3) **Robotergestütztes Probenpositioniersystem**

Durch die Integration eines robotergestützten Probenpositioniersystems in die Probenumgebung von STRESS-SPEC konnten die Limitierungen von Punkt e) erfolgreich überwunden werden (siehe Abschnitt 5.4). Des Weiteren bietet dieses neu entwickelte zukunftsweisende Robotersystem

durch seinen automatischen Probenwechsler mehr Flexibilität. Der Wegfall des manuellen Probenwechsels und des damit verbundenen Wartens auf das Abklingen von Radioaktivität, welche aus dem Nachzerfall aktivierter Elemente der untersuchten Probe resultiert, steigert die Effizienz von STRESS-SPEC erheblich. Ein Beispiel hierfür ist die Untersuchung von Kupferproben. In diesem Szenario können mehrere Stunden pro Probenwechsel gespart werden.

#### 4) **Kontinuierliche Polfigurmessungen**

Die neuentwickelte Methode der kontinuierlichen Polfigurmessung stellt hinsichtlich zweier Anforderungen eine wesentliche Verbesserung dar. Einerseits reduziert sie durch den Wegfall von Probenpositionierzeiten die Messzeit im Fall von STRESS-SPEC um bis zu 66% (siehe Abschnitt 5.2). Andererseits gewährleistet diese neue Methode in Verbindung mit einem 2D Flächendetektor die Erfassung aller Körner eines zu untersuchenden Kernvolumens (siehe Abschnitt 3.1). Am STRESS-SPEC führt dies im Vergleich zur konventionellen diskreten Polfigurmessung mit einer Schrittweite von  $\Delta\phi=5^\circ$  zu einer um das vierzehnfache verbesserten Kornstatistik. Neben den beschriebenen Vorteilen bietet die neue Methode dem Experimentator wesentlich mehr Flexibilität bei der Analyse der Messdaten. So kann bei der Datenaufbereitung im Nachhinein das Augenmerk z.B. verstärkt auf eine hohe Auflösung oder alternativ auf eine gute Statistik gerichtet werden. Nähere Informationen zu den Analysemöglichkeiten sind dem Abschnitt 5.2.2 zu entnehmen.

#### 5) **Einsatz eines größeren Flächendetektors**

Der Einsatz eines neuen, größeren Flächendetektors an STRESS-SPEC ermöglicht die Erfassung eines größeren Winkelbereiches. Aufgrund dessen kann bis zu 45% der benötigten Messzeit eingespart werden. Dank seines höheren  $^3\text{He}$  Gasdruckes erhöht sich außerdem die Nachweiswahrscheinlichkeit, was die Messzeit um weitere 70% senkt. Insgesamt ergibt sich durch den neuen Detektor an STRESS-SPEC eine Messzeitersparnis von ca. 83,5% (siehe Abschnitt 5.6).

### 6) Vorteile der flächengetreuen Polfigurmessung

Durch die Verwendung eines flächengetreuen Rasters lässt sich die Anzahl, der für eine vollständige Polfigur notwendigen Messpunkte, theoretisch um bis zu 50% reduzieren. Aufgrund des an STRESS-SPEC verwendeten Flächendetektors reduziert sich die Effizienzsteigerung je nach  $2\theta$  Winkel auf max. 25%.

### 7) Datenanalysesoftware "STeCa"

Für die Weiterentwicklungsschritte 2), 4), 5) und 6) war die Entwicklung einer neuen Datenanalysesoftware notwendig. Im Rahmen dieser Arbeit wurde deshalb die Eigenspannungs- und Texturdatenaufbereitungssoftware "STeCa" entwickelt (siehe Abschnitt 5.1). Diese Software zählt mittlerweile zu den Standardwerkzeugen zur Textur- und Eigenspannungsanalyse an den Synchrotrondiffraktometern BW5, HARWI-II und HEMS, sowie an den Neutronendiffraktometern E3 und STRESS-SPEC.

Fasst man all diese Weiterentwicklungen zusammen, konnte die Effizienz bei Texturuntersuchungen an STRESS-SPEC um das 27,3fache und die Kornstatistik um das 14fache gesteigert werden. Des Weiteren erlauben diese Entwicklungen die Positionierung komplexer Proben und die Korrektur von Absorptionseffekten bei lokalen Untersuchungen. Dadurch wird die Untersuchung von Texturgradienten am Neutronendiffraktometer STRESS-SPEC ermöglicht (siehe 6.2.2).

Beschriebene Weiterentwicklungen reduzieren außerdem die Probenwechselzeiten bzw. Umbauzeiten zwischen den einzelnen Experimenten drastisch. Dies trägt wiederum zur Senkung der Kosten bei industriellen Untersuchungen bei.



## 8 Ausblick

Das im Verlauf dieser Arbeit implementierte Verfahren zur zerstörungsfreien lokalen Texturuntersuchung konnte bereits Ende 2010 im Rahmen eines DAAD Projekts zur Untersuchung von stranggepressten Niobium-Kupfer-Verbundrohren angewendet werden. In diesem Zusammenhang wurden durch den Doktoranten Nowfal Alhamdany, unter Verwendung der neuen Methoden, mehrere Abschnitte eines Kupferrohrsegments mit Erfolg untersucht (Gan et al., 2011).

Während dieser Messzeit konnten aufgrund der Größe der untersuchten Probe und der damit verbundenen Komplexität der notwendigen Probenbewegungen viele Erfahrungen im Umgang mit dem neuentwickelten Robotersystem gewonnen werden. Es zeigte sich, dass ein manuelles Ausschließen von potenziellen Kollisionen des Robotersystems sehr arbeitsintensiv ist. Da diese Kontrollen aus Sicherheitsgründen unmittelbar vor der eigentlichen Messung durchgeführt werden müssen lässt sich ein Messzeitverlust nicht vermeiden. Während der Untersuchung des Kupferrohres benötigten besagte Kontrollen ca. 5h. Daraus resultiert ein Messzeitverlust von ca. 5%. Um die Kollisionskontrolle künftig vor der eigentlichen Messzeit simulieren und gleichzeitig während der Messung eine simultane Kollisionserkennung bereitstellen zu können, wurde im Rahmen dieser Arbeit ein Konzept zur Online 3D-Simulation des gesamten Instruments erarbeitet. Anhand dieser rechnergestützten Instrumentabbildung können alle Bewegungen sowohl im Vorfeld als auch simultan zur Messung auf Kollisionen hin geprüft werden. Ein solches Verfahren würde einerseits eine Offline Bewegungsplanung der kompletten Messung im Vorfeld ermöglichen und somit Messzeit sparen, andererseits könnte es den Nutzer während einer Messung unterstützen und vor potenziellen Kollisionen warnen. Erste Entwicklungsschritte bezüglich der simulationsgestützten Kollisionserkennung wurden bereits durch das IWB sowie Martin Völler erfolgreich umgesetzt. Ziel eines sich dieser Arbeit anschließenden Projekts ist es diese vielversprechenden Ansätze weiterzuverfolgen.

Aktuell kann dieses neu entwickelte robotergestützte Positioniersystem jedoch nur bedingt für Eigenspannungsuntersuchungen eingesetzt werden, da die

momentan erreichte absolute Positioniergenauigkeit für die meisten Eigenspannungsuntersuchung nicht ausreicht. Aus diesem Grund ist geplant im Rahmen eines weiteren Projekts die absolute Positioniergenauigkeit des zu untersuchenden Probenpunktes auf  $\pm 100\mu\text{m}$  zu verbessern. Zu diesem Zweck müsste neben der bereits unterstützten Bestimmung der kartesischen Position auch die Orientierung des Flansches extern gemessen werden. Erste Schätzungen ergaben, dass diese Orientierung für Probenpunkte mit einem Abstand zum Roboterflansch von bis zu 500mm mit einer Genauigkeit von  $\pm 5^\circ$  bestimmt werden müsste. Genannter Schätzung wurde ein Faktor von zehn zwischen der benötigten Genauigkeit der Stellgröße und der Genauigkeit des bestimmten Istwertes zugrunde gelegt.

Durch diese beiden noch ausstehenden Weiterentwicklungen ließe sich das robotergestützte Probenpositioniersystem für nahezu alle Untersuchungsmethoden an STRESS-SPEC einsetzen, wodurch sich die hier beschriebenen Vorteile auch für Eigenspannungsuntersuchungen ergeben würden.

## Literaturverzeichnis

- Agnew, S.R., Yoo, M.H. & Tome, C.N., 2001. Application of texture simulation to understanding mechanical behavior of Mg and solid solution alloys containing Li og Y. *Acta Materialia*, 49, pp.4277–4289.
- An, K. et al., 2010. First In Situ Lattice Strains Measurements Under Load at VULCAN. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42(1), pp.95–99.
- Banhart, J., 2008. *Advanced Tomographic Methods in Materials Research and Engineering*, Oxford: Oxford Univ. Press.
- Beckmann, F. et al., 2007. The New Materials Science Beamline HARWI-II at DESY. In *AIP Conference Proceedings*. AIP, pp. 746–749.
- Brokmeier, H.-G., 2002. Non-Destructive Texture Measurement. *Materials Science Forum*, 408-412, pp.149–154.
- Brokmeier, H.-G., 1997. TEX-2 the texture diffractometer at the GKSS-research centre. *Physica B: Condensed Matter*, 234-236, pp.1144–1145.
- Brokmeier, H.-G. et al., 2011. Texture analysis at neutron diffractometer STRESS-SPEC. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 642, pp.87–92.
- Brokmeier, H.-G. et al., 2009. Texture Gradient in a Bonelike Extrusion Profile of Mg Ze10. In K. U. Kainer, ed. *8th International Conference on Magnesium Alloys and their Applications*. Weinheim, Germany: Wiley, pp. 583–588.
- Brokmeier, H.-G. et al., 2010. The Robot Concept at STRESS-SPEC for the Characterisation or Semi-Finished Products. *Materials Science Forum*, 652, pp.197–201.
- Brokmeier, H.G. & Yi, S., 2008. Texture and Texture Analysis in Engineering Materials in Neutrons and Synchrotron Radiation in Engineering Materials Science. In W. Reimers et al., eds. *Neutrons and Synchrotron Radiation in Engineering Materials Science: From Fundamentals to Material and Component Characterization*. Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, pp. 57–76.
- Bunge, H.J., 1986. Experimental Techniques of Quantitative Texture Analysis. In H. J. Bunge & C. Esling, eds. *Quantitative Texture Analysis*. Oberursel: DGM Informationsgesellschaft Verlag, pp. 85–128.

- Bunge, H.-J., 1969. *Mathematische Methoden der Texturanalyse*, Berlin: Akademie-Verlag.
- Bunge, H.-J., 1982. *Texture Analysis in Material Science* English ed., London: Butterworth.
- Bunge, H.-J., 1968. Über die Rekristallisationstextur von Aluminiumdrähten. *Kristall und Technik*, 3(2), pp.295–312.
- Bunge, H.-J., 1965. Zur Darstellung allgemeiner Texturen. *Z. Metallkde*, 56, pp.872–874.
- Chaumet, N.S.G., 2009. *Konzeption und Implementierung einer Steuerungssoftware für ein Laser-Tracker gesteuertes hochgenaues Positioniersystem*. Master Thesis: TUM.
- Cussen, L.D., 2000. On the resolution of neutron scattering instruments. *Journal of Applied Crystallography*, 33(6), pp.1399–1404.
- Dachs, H., 1978. *Neutron Diffraction* H. Dachs, ed., Berlin: Springer Verlag.
- Demtröder, W., 2005. *Experimentalphysik Bd. 3. Atome, Moleküle und Festkörper*, Berlin: Springer Verlag.
- Engler, O., 2001. Recrystallisation textures in copper-manganese alloys. *Acta Materialia*, 49(7), pp.1237–1247.
- Gan, W. M., 2008. *Texture and Microstructure Development of Silicon Containing Magnesium Alloys after Equal Channel Angular Pressing*. Ph.D. Thesis: TU-Clausthal.
- Gan, W. M. et al., 2011. Texture inhomogeneity investigation of a Cu tube using STRESS-SPEC robot system. Poster: SF2M – DGM, Texture and Anisotropy Symposium.
- Garbe, Ulf, 2009. New pole figure calculation software: 2DiffCalc. *Journal of Applied Crystallography*, 42, pp.730–733.
- Gaubatz, W., 1998. *Rechnerische Optimierung der sekundären Neutronenquellen des neuen Münchner Forschungsreaktors FRM-II*. Ph.D. Thesis: TU München.
- Gerber, P. et al., 2003. A quantitative analysis of the evolution of texture and stored energy during annealing of cold rolled copper. *Acta Materialia*, 51(20), pp.6359–6371.
- Gerward, L., 1980. Basic X-Ray Interactions with Matter. *Lecture Notes in Physics*, 112, pp.132–138.



- Gilles, R. et al., 2002. Status of the new structure powder diffractometer (SPODI) at the FRM-II in Garching. *Applied Physics A: Materials Science & Processing*, 74, pp.s148–s150.
- Grewen, J. & Wassermann, G., 1955. Über die idealen Orientierungen einer Walztextur. *Acta Metallurgica*, 3(4), pp.354–360.
- Helming, K., 1995. *Texturapproximation durch Modellkomponenten*. Habilitation: TU Clausthal.
- Hielscher, R. & Schaeben, H., 2008. A novel pole figure inversion method: specification of the MTEX algorithm. *Journal of Applied Crystallography*, 41(6), pp.1024–1037.
- Hirsch, J. & Lücke, K., 1988. Mechanism of deformation and development of rolling textures in polycrystalline f.c.c. metals—I. Description of rolling texture development in homogeneous CuZn alloys. *Acta Metallurgica*, 36(11), pp.2863–2882.
- Hofmann, M & Wimpory, R., 2009. NET TG1: Residual stress analysis on a single bead weld on a steel plate using neutron diffraction at the new engineering instrument “STRESS-SPEC”. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 86(1), pp.122–125.
- Hofmann, M. et al., 2006. The new materials science diffractometer STRESS-SPEC at FRM-II. *Physica B: Condensed Matter*, 385-386, pp.1035–1037.
- Hunklinger, S., 2009. *Festkörperphysik* 2nd ed., München: Oldenbourg Wissenschaftsverlag GmbH.
- Jun, T.S. et al., 2008. Synchrotron Energy-Dispersive X-Ray Diffraction Analysis of Residual Strains around Friction Welds between Dissimilar Aluminium and Nickel Alloys. *Materials Science Forum*, 571-572, pp.407–412.
- Klasen, F., Oestreich, V. & Volz, M., 2010. *Industrielle Kommunikation mit Feldbus und Ethernet* M. Volz, ed., Berlin: VDE Verlag GmbH.
- Klosowski, P., 1997. NeXus: A common format for the exchange of neutron and synchrotron data. *Physica B: Condensed Matter*, 241-243, pp.151–153.
- Luzin, V. & Brokmeier, Heinz Günter, 2002. Attenuation Corrections in Neutron Texture Experiment. *Materials Science Forum*, 408-412, pp.191–196.
- Marmotti, M. et al., 2002. Two-dimensional position-sensitive detectors for high resolution diffraction with neutrons and high energy synchrotron radiation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 477(1-3), pp.347–352.

- Matthies, S. & Vinel, G.W., 1982. On the Reproduction of the Orientation Distribution Function of Texturized Samples from Reduced Pole Figures Using the Conception of a Conditional Ghost Correction. *physica status solidi (b)*, 112(2), pp.K111–K114.
- Matthies, S., Wenk, H.-R. & Vinel, G.W., 1988. Some basic concepts of texture analysis and comparison of three methods to calculate orientation distributions from pole figures. *Journal of Applied Crystallography*, 21(4), pp.285–304.
- Miller, W.H., 1839. *A treatise on crystallography*, London: Deighton.
- Moras, K. et al., 2000. Experimental determination of the instrumental transparency function of texture goniometers. *Journal of Applied Crystallography*, 33(4), pp.1162–1174.
- Mücklich, a. & Klimanek, P., 1994. Experimental Errors in Quantitative Texture Analysis from Diffraction Pole Figures. *Materials Science Forum*, 157-162, pp.275–286.
- Necker, C.T., Doherty, R.D. & Rollett, a. D., 1991. Quantitative Measurement of the Development of Recrystallization Texture in OFE Copper. *Textures and Microstructures*, 14(C), pp.635–640.
- Nikolayev, D.I. & Walther, K., 1994. Absorption Correction for Non-Standard Geometry for Pole Figure Measurements. *Materials Science Forum*, 157-162, pp.381–386.
- Randau, C., Garbe, U. & Brokmeier, H.-G., 2011. StressTextureCalculator : a software tool to extract texture, strain and microstructure information from area-detector measurements. *Journal of Applied Crystallography*, 44(3), pp.641–646.
- Randle, V., 2000. *Introduction to Texture Analysis Macrotecture, Microtexture and Orientation Mapping* 1st ed., Amsterdam: CRC Press.
- Rebelo-Kornmeier, Joana et al., 2009. New developments at materials science diffractometer STRESS-SPEC at FRM II. *Advances in X-Ray Analysis*, pp.209–216.
- Reimers, W. et al., 2008. *Neutrons and Synchrotron Radiation in Engineering Materials Science* 1st ed. W. Reimers et al., eds., Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Roe, R.-J., 1965. Description of Crystallite Orientation in Polycrystalline Materials. III. General Solution to Pole Figure Inversion. *Journal of Applied Physics*, 36(6), p.2024 2031.

- Samajdar, I. et al., 1997.  $\gamma$ -Fibre recrystallization texture in IF-steel: an investigation on the recrystallization mechanisms. *Materials Science and Engineering A*, 238(2), pp.343–350.
- Schwarzer, R. a., 1990. Measurement of Local Textures With Transmission and Scanning Electron Microscopes. *Texture, Stress, and Microstructure*, 13(1), pp.15–30.
- Shepard, D., 1968. A two-dimensional interpolation function for irregularly-spaced data. *Proceedings of the 1968 23rd ACM national conference on -*, pp.517–524.
- Spruiell, J.E. et al., 1973. Microstructural Stability of Thermal-Mechanically Pretreated Type 316 Austenitic Stainless Steel. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 4(6), pp.1533–1544.
- Stäubli, 2005. Referenzanleitung VAL3 Version 5.2. Stäubli.
- Strobl, M. et al., 2009. Advances in neutron radiography and tomography. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 42(24), p.243001.
- Unger, C.J., 2009. *Weiterentwicklung eines hochgenauen robotergestützten Positioniersystems für ein Neutronendiffraktometer*. Diplom Thesis: TUM.
- Varma, S.K. et al., 1994. Effect of grain size on deformation-induced martensite formation in 304 and 316 stainless steels during room temperature tensile testing. *Journal of Materials Science Letters*, 13(2), pp.107–111.
- Ventzke, V., 2010. Private Communication.
- Völler, Martin, 2010. *Entwicklung und Implementierung eines modularen, multithreaded Softwaresystems zur Steuerung eines hochgenauen robotergestützten Positioniersystems*. Diplom Thesis: University of Applied Sciences Jena.
- Wang, X.-L. et al., 2006. VULCAN—The engineering diffractometer at the SNS. *Physica B: Condensed Matter*, 385–386, pp.673–675.
- Wang, Y., 2003. Texture analysis in hexagonal materials. *Materials Chemistry and Physics*, 81(1), pp.11–26.
- Wassermann, G., 1939. *Texturen metallischer Werkstoffe* G. Wassermann, ed., Berlin: Springer Verlag.
- Wassermann, G. & Grewen, J., 1962. *Texturen metallischer Werkstoffe*, Berlin: Springer Verlag.
- Wcislak, L. et al., 2002. Texture analysis with high-energy synchrotron radiation. *Journal of Applied Crystallography*, 35(1), pp.82–95.

- Wenk, H.-R., Lutterotti, L. & Vogel, S., 2003. Texture analysis with the new HIPPO TOF diffractometer. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 515(3), pp.575–588.
- Wenk, Hans-Rudolf, Vergamini, P.J. & Larson, A.C., 1988. Texture Analysis by TOF Measurements of Spallation Neutrons With a 2D-Position Sensitive Detector. *Textures and Microstructures*, 8, pp.443–456.
- Will, G., Schäfer, W. & Merz, P., 1989. Texture Analysis by Neutron Diffraction Using a Linear Position Sensitive Detector. *Textures and Microstructures*, 10(4), pp.375–387.
- Wimpory, R. et al., 2009. Statistical analysis of residual stress determinations using neutron diffraction. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 86(1), pp.48–62.
- Wimpory, R.C. et al., 2010. The Effect of Grain Size on Strain Determination Using a Neutron Diffractometer. *Materials Science Forum*, 638-642, pp.2405–2410.

## Abbildungsverzeichnis

ABBILDUNG 2.1: ZUSAMMENHANG ZWISCHEN DEBYE-SCHERRER KREIS UND REFLEXIONSKREIS IN DER LAGENKUGEL (WASSERMANN & GREWEN, 1962).	10
ABBILDUNG 2.2: ZEIGT DIE REFLEXIONSKREISE DER LAGENKUGEL NACH DER STEREOGRAFISCHEN PROJEKTION IN DIE POLFIGUR. DARGESTELLT SIND KOMPLETT DETEKTIERTE REFLEXIONSKREISE FÜR EINE DISKRETE PROBENORIENTIERUNG IN ABHÄNGIGKEIT IHRES $2\theta$ WINKELS.	11
ABBILDUNG 2.3: EULERWIEGE EINES TEXTURGONIOMETERS (WILL ET AL., 1989)	12
ABBILDUNG 2.4: 2D DETEKTORBILD MIT WINKELBESCHRIFTUNG EINER GEWALZTEN AL7020 PROBE AUFGENOMMEN AM SYNCHROTRONDIFFRAKTOMETER HARWI-II (RANDAU ET AL., 2011).	13
ABBILDUNG 2.5: ZEIGT UNTERSCHIEDLICHE STREUWINKEL $2\theta$ FÜR SYNCHROTRON- UND NEUTRONENDIFFRAKTOMETER UND DIE DAMIT VERBUNDENEN DETEKTORPOSITIONEN (RANDAU ET AL., 2011).	15
ABBILDUNG 2.6: POLFIGURRASTER (LINKS WINKELGETREU, RECHTS FLÄCHENGETREU) (BUNGE, 1986)	16
ABBILDUNG 3.1: STELLT DIE BEUGUNGSVOLUMENANTEILE IN ABHÄNGIGKEIT ZUM BEUGUNGSWINKEL $2\theta$ DAR. DIE WERTE WURDEN FÜR EINE RUNDE PRIMÄRBLENDE MIT $D=1\text{MM}$ UND EINE SEKUNDÄRE SCHLITZBLENDE MIT $X=1\text{MM}$ ERMITTELT.	19
ABBILDUNG 3.2: HORIZONTALE AUFWEITUNG DES DEFINIERTEN BEUGUNGSVOLUMENS IN ABHÄNGIGKEIT DES BLENDEABSTANDES. DIESEN DATEN LIEGT EIN ABSTAND VON $900\text{MM}$ ZWISCHEN PROBE UND DETEKTOR ZUGRUNDE. DIE DARGESTELLTEN KURVEN WURDEN FÜR DETEKTOREN MIT EINER AKTIVEN BREITE VON $100\text{MM} - 400\text{MM}$ BERECHNET.	20
ABBILDUNG 3.3: SCHEMATISCHE DARSTELLUNG DER IM UNTERGRUND ENTHALTENDEN ANTEILE. DIE BLAU DARGESTELLTEN FAKTOREN KORRELIEREN MIT DEM BEUGUNGSVOLUMEN SOWIE MIT DER MESSZEIT. DIE GRÜNEN ANTEILE KORRELIEREN LEDIGLICH MIT DER MESSZEIT.	22
ABBILDUNG 3.4: DARSTELLUNG DER ABSORPTIONSEFFEKTE NACH PHOTONENERGIE (DEMTRÖDER, 2005)	27
ABBILDUNG 3.5: VERGLEICH DER MASSENSCHWÄCHUNGSKOEFFIZIENTEN ( $\mu/P$ ) ZWISCHEN THERMALEN NEUTRONEN UND PHOTONEN MIT $100\text{KEV}$ IN ABHÄNGIGKEIT DER ORDNUNGSZAHL. FÜR DIE BESTIMMUNG DES KOEFFIZIENTEN DER THERMISCHEN NEUTRONEN WURDE DAS NATÜRLICHE ISOTOPENGEMISCH ZUGRUNDE GELEGT (BANHART, 2008).	29

ABBILDUNG 3.6: EULERBAUGRUPPE AM STRESS-SPEC	30
ABBILDUNG 4.1: SKIZZIERTER DARSTELLUNG DER 6 STANDARDPROBEN AUS EINEM AL7020 BLECH. DIE ORIENTIERUNG DES BLECHS IST IN ENGLISCHER NOTATION ANGEZEIGT, WOBEI RD (ROLLING DIRECTION) FÜR DIE WALZRICHTUNG STEHT.	35
ABBILDUNG 4.2: GEMESSENE POLFIGUREN DER GEWALZTEN AL7020 STANDARDPROBE (TEX2) DARSTELLUNG IN MRD.	36
ABBILDUNG 4.3: OVF-SCHNITTE DER GEWALZTEN AL7020 STANDARDPROBE GEMESSEN AM TEX2, DARSTELLUNG IN MRD.	37
ABBILDUNG 4.4: SPEKTRUM VON STRESS-SPEC AM MONOCHROMATOR (GAUBATZ, 1998).	39
ABBILDUNG 4.5: HOMOGENITÄTSMESSUNG DES DETEKTORS 2007. LINKS IST DAS DETEKTORBILD ZUSEHEN UND RECHTS EIN VERTIKAL AUFINTEGRIERTES DIFFRAKTOGRAMM.	40
ABBILDUNG 4.6: CAD ZEICHNUNG DER XYZ-TISCH BAUGRUPPE MIT $\Omega$ DREHKREIS (LINKS) UND DER EULERWIEGENBAUGRUPPE (RECHTS). (QUELLE: HZB)	40
ABBILDUNG 4.7: BERECHNETES ALUMINIUMDIFFRAKTOGRAMM FÜR $\lambda=1,54\text{\AA}$ , MIT DEM PROGRAMM POWDERCELL ERSTELLT. DIE X-ACHSE ENTSpricht $2\theta$ IN GRAD UND DIE Y-ACHSE EINEM FAKTOR.	41
ABBILDUNG 4.8: SUMMENDETEKTORBILD DER GESAMTEN POLFIGURMESSUNG, ERSTELLT MIT "STECA" (SIEHE ABSCHNITT 5.1). DIE DATEN IN DEN ECKEN GEBEN DIE WINKELINFORMATIONEN DER ECKPIXEL AN ( $2T \Rightarrow 2\theta$ UND $G \Rightarrow \Gamma$ ).	42
ABBILDUNG 4.9: EXPERIMENTELLE POLFIGUREN DER AN STRESS-SPEC 2008 GEMESSENEN AL7020 STANDARDPROBE (DARSTELLUNG IN MRD).	43
ABBILDUNG 4.10: OVF-SCHNITTE DER AL7020 STANDARDPROBE DISKRET GEMESSEN AN STRESS-SPEC 2008, DARSTELLUNG IN MRD.	44
ABBILDUNG 4.11: POLFIGURFENSTER DES GE {311} MONOCHROMATORS MIT $1,22\text{\AA}$ . LINKS IST DAS POLFIGURFENSTER MIT VOLLEM VERTIKALEN MONOCHROMATORFOKUS ZU SEHEN UND RECHTS STAND DER MONOCHROMATOR FLACH IM STRAHL.	47
ABBILDUNG 5.1: DETEKTORBILD AUFGENOMMEN AN STRESS-SPEC BEI EINER DETEKTORPOSITION VON $2\theta=32^\circ$ .	54
ABBILDUNG 5.2: PROGRAMMFENSTER ZUR UNTERGRUNDKORREKTUR DER SOFTWARE "STECA". DIE ROT DARGESTELLTEN BEREICHE SIND DIE FÜR DIE UNTERGRUNDAPPROXIMATION NICHT VERWENDETE BEREICHE. DIE GRÜNE KURVE IST DIE APPROXIMIERTE UNTERGRUNDKURVE UND DIE BLAUE KURVE IST DAS KORRIGIERTE DIFFRAKTOGRAMM.	56

ABBILDUNG 5.3: SCHEMATISCHE DARSTELLUNG EINES SYNCHROTRONDIFFRAKTIONSEXPERIMENTS MIT FLÄCHENDETEKTOR. DIE PROBE IST BEI $\Omega=0^\circ$ DARGESTELLT.	59
ABBILDUNG 5.4: DETEKTORBILDER DER AL7020 PROBE AUFGENOMMEN AN HARWI-II (2008).	60
ABBILDUNG 5.5: SUMMENDIFFRAKTOGRAM DES DETEKTORBILDES $\Omega=0^\circ$ DER AL7020 MESSUNG AN HARWI-II.	60
ABBILDUNG 5.6: SCHEMATISCHE POLFIGUR MIT EINEM WINKELGETREUEN RASTER $10^\circ \times 10^\circ$ . ES SIND DIE UNINTERPOLIERTEN PUNKTE UND DEBYE-SCHERRER RINGE AUS ABBILDUNG 5.4 DARGESTELLT.	62
ABBILDUNG 5.7: EXEMPLARISCHE DARSTELLUNG DES IDW- VERFAHRENS. DIE ZU ERMITTELNDEN RASTERPUNKTE SIND UNGEFÜLLT, DIE GEMESSEN STÜTZSTELLEN, GEFÜLLT DARGESTELLT. FÜR JEDEN ZU ERRECHNENDEN RASTERPUNKT WIRD EIN 4 QUADRANTENFELD MIT EINER DEFINIERTEN ORIENTIERUNG AUFGESPANNT (ROT). IN DIE BERECHNUNG GEHEN DIE DICHTESTEN MESSPUNKTE AUS JEDEM QUADRANTEN EIN, WOBEI DER ABSTAND BLAU GEKENNZEICHNET IST.	64
ABBILDUNG 5.8: EXPERIMENTELLE POLFIGUREN DER AN STRESS-SPEC 2009 KONTINUIERLICH GEMESSEN AL7020 STANDARDPROBE DARGESTELLT IN MRD ( $\Delta\varphi=5^\circ$ ).	73
ABBILDUNG 5.9: EXPERIMENTELLE POLFIGUREN DER AN STRESS-SPEC 2009 KONTINUIERLICH GEMESSEN AL7020 STANDARDPROBE DARGESTELLT IN MRD ( $\Delta\varphi=2,5^\circ$ ).	74
ABBILDUNG 5.10: OVF-SCHNITTE DER AL7020 STANDARDPROBE KONTINUIERLICH MIT EINER INTERVALLWEITE VON $\Delta\varphi=2,5^\circ$ GEMESSEN UND MIT EINER SEGMENTGRÖÖE VON $\Delta\Gamma=2^\circ$ AUSGEWERTET. SKALA IN MRD DARGESTELLT.	75
ABBILDUNG 5.11: EXPERIMENTELLE POLFIGUREN DER AL7020 STANDARDPROBE, HOCHAUFLÖSENDEN UND KONTINUIERLICHEN GEMESSEN AN HARWI-II. DIE POLFIGUREN ZEIGEN DIE NÖRDLICHE HEMISPHERE UND SIND IM $1^\circ \times 1^\circ$ RASTER DARGESTELLT.	80
ABBILDUNG 5.12: ORTHORHOMBISCH ANALYSIRTER OVF-SCHNITTE DER AL7020 STANDARDPROBE HOCHAUFLÖSEND MIT EINER INTERVALLWEITE VON $\Delta\varphi=1^\circ$ GEMESSEN AN HARWI-II. AUSWERTUNG ERFOLGTE IM $1^\circ \times 1^\circ$ RASTER ES ERGIBT SICH DAHER EINE SEGMENTGRÖÖE VON $\Delta\Gamma=1^\circ$ . DARSTELLUNG DER SKALA IN MRD.	81
ABBILDUNG 5.13: TRIKLIN ANALYSIRTER OVF-SCHNITTE DER AL7020 STANDARDPROBE HOCHAUFLÖSEND MIT EINER INTERVALLWEITE VON $\Delta\varphi=1^\circ$ GEMESSEN AN HARWI-II. AUSWERTUNG ERFOLGTE IM $1^\circ \times 1^\circ$ RASTER ES ERGIBT SICH DAHER EINE SEGMENTGRÖÖE VON $\Delta\Gamma=1^\circ$ . DARSTELLUNG DER SKALA IN MRD.	82

ABBILDUNG 5.14: DIE ABBILDUNG ZEIGT DIE DREI ZYLINDRISCHEN KUPFERPROBE DER ABSORPTIONSEINFLUSSMESSUNG. LINKS IST DIE KREISZYLINDRISCHE REFERENZPROBE ( $D=10\text{MM}$ ), IN DER MITTE DIE PROBE MIT QUADRATISCHER GRUNDFLÄCHE ( $10\times 10\text{MM}^2$ ) UND RECHTS DIE PROBE MIT RECHTECKIGER GRUNDFLÄCHE ( $10\times 20\text{MM}^2$ ) DARGESTELLT.	84
ABBILDUNG 5.15: DAS DIAGRAMM STELLT DIE EINFLÜSSE DURCH DAS BEUGUNGSVOLUMEN, DIE ABSORPTION UND BEIDES ZUSAMMEN ALS FAKTOREN (ROT) SOWIE DIE WEGSTRECKE DURCH DIE PROBE (SCHWARZ) IN ABHÄNGIGKEIT DES PROBENROTATIONSWINKELS $\varphi$ DAR. DIE FAKTOREN WURDEN AUF DIE KREISZYLINDRISCHE PROBE NORMIERT.	85
ABBILDUNG 5.16: EXPERIMENTELLE POLFIGUREN DER KREISZYLINDRISCHEN WARM GEWALZTEN REFERENZKUPFERPROBE. DIE POLFIGUREN WURDEN $+90^\circ$ UM IHRE Y-ACHSE GEWÄLTZT. DURCH DIESE ROTATION VERSCHOB SICH ND AUF DEN SÜDPOL UND TD VERSCHOB SICH VOM NORDPOL AUF DEN ÄQUATOR. INTERPOLIERT AUF $1^\circ\times 1^\circ$ UND DARGESTELLT IN MRD	87
ABBILDUNG 5.17: OVF DER KREISZYLINDRISCHEN WARM GEWALZTEN KUPFERREFERENZPROBE.	87
ABBILDUNG 5.18: SCHEMATISCHE DARSTELLUNG DER PROBENORIENTIERUNG BEI $\Omega=0^\circ$ UND BEI $\Omega=90^\circ$ .	88
ABBILDUNG 5.19: UNKORRIGIERTE EXPERIMENTELLE $\{111\}$ POLFIGUREN DER ABSORPTIONSTESTMESSUNG DES WARM GEWALZTEN KUPFERBLECHS. A) POLFIGUR DER KREISZYLINDRISCHEN REFERENZPROBE B) POLFIGUR DER ZYLINDRISCHEN PROBE MIT $10\times 10\text{MM}^2$ GRUNDFLÄCHE C) POLFIGUR DER PROBE MIT $20\times 10\text{MM}^2$ GRUNDFLÄCHE	89
ABBILDUNG 5.20: KORRIGIERTE EXPERIMENTELLE $\{111\}$ POLFIGUREN DER ABSORPTIONSTESTMESSUNG. DARSTELLUNG IN MRD, ORIENTIERUNG WIE ABBILDUNG 5.19 A) POLFIGUR DER PROBE MIT $10\times 10\text{MM}^2$ GRUNDFLÄCHE B) POLFIGUR DER PROBE MIT $20\times 10\text{MM}^2$ GRUNDFLÄCHE	91
ABBILDUNG 5.21: ABBILDUNG DER ROBOTERBASierten PROBENPOSITIONIEREINHEIT FÜR STRESS-SPEC, BESTEHEND AUS BODENPLATTE, ROBOTERSOCKEL, DREHKREISEN UND DEM RX160 INDUSTRIEROBOTER MIT KONTROLLER.	95
ABBILDUNG 5.22: FLUSSDIAGRAMM DER SERVERSEITE DES SSR INTERFACE (CHAUMET, 2009)	96
ABBILDUNG 5.23: ZWÖLFFACH PROBENWECHSLER DES ROBOTERS BESTEHEND AUS PTM WERKZEUGWECHSLERN UND DREIBACKENZENTRIERSPANNERN FÜR TEXTURSERIENMESSUNGEN.	101
ABBILDUNG 5.24: SCHEMATISCHE DARSTELLUNG DER A22 PROBE MIT SCHWEIßRAUPE (WIMPORY ET AL., 2009)	103
ABBILDUNG 5.25: SPANNUNGSVERLAUF ENTLANG DER LINE B IN 2MM TIEFE.	104

---



ABBILDUNG 5.26: SPANNUNGSVERLAUF ENTLANG DER LINE B IN 2MM TIEFE, ERMITTELT NACH DER KORREKTUR ROBOTER-FRAME.	104
ABBILDUNG 5.27: VERGLEICH DES ERMITTELTEN EIGENSPANNUNGSVERLAUFS MIT ERGEBNISSEN VOM E3 AUS BERLIN (HZB).	105
ABBILDUNG 5.28: EXPERIMENTELLE POLFIGUREN DER ROBOTERGESTÜTZTEN DISKRETEN AL7020 STANDARDPROBE IM WINKELGETREUEN 2°X2° RASTER.	107
ABBILDUNG 5.29: STRANGGEPRESSTE MG-ZE10 PROBE, DARGESTELLT MIT DEN UNTERSUCHTEN PUNKTEN.	111
ABBILDUNG 5.30: SUMMENDIFFRAKTOGRAMME EINER GESAMTEN POLFIGURMESSUNG DER MG-ZE10 PROBE. DARGESTELLT SIND DIE BEIDEN DETEKTORPOSITIONEN, ZU BEACHTEN IST DIE VARIATION DER WELLENLÄNGE.	112
ABBILDUNG 5.31: VERGLEICH DER EXPERIMENTELLEN POLFIGUREN P4 (LINKS KONV., RECHTS RADIALKOL.)	114
ABBILDUNG 5.32: TEXTURKOMPONENTENVERLAUF ÜBER DIE KNOCHENFÖRMIGE MG-ZE10 PROBE.	116
ABBILDUNG 5.33: VERGLEICH DER INHOMOGENITÄTEN: ES WIRD HISTOGRAMM SOWIE DIFFRAKTOGRAMM DES ALTEN DETEKTORS (LINKS) UND DES NEUEN DETEKTORS (RECHTS) DARGESTELLT.	118
ABBILDUNG 5.34: EXPERIMENTELLE POLFIGUREN DER AL7020 PROBE, KONTINUIERLICH ROBOTERGESTÜTZT GEMESSEN AN STRESS-SPEC MIT DEM NEUEN FLÄCHENDETEKTOR.	119
ABBILDUNG 5.35: ERFASSTER $\Delta f$ BEREICH IN GRAD DES STRESS-SPEC DETEKTORS FÜR DIE ABSTÄNDE D=800MM BIS D=1200MM.	121
ABBILDUNG 5.36: MESSZEITERSPARNISS IN PROZENT DES STRESS-SPEC DETEKTORS FÜR DIE ABSTÄNDE D=800MM BIS D=1200MM.	122
ABBILDUNG 6.1: AN STRESS-SPEC UNTERSUCHTE ROTATIONSREIBSCHWEIßVERBINDUNG MIT EINGEZEICHNETEN MESSPUNKTEN.	124
ABBILDUNG 6.2: REM AUFNAHMEN DER FÜGEZONE (AL7020 - 316L), LINKS IST DIE PROBENMITTE (PUNKT M) UND RECHTS DER RAND (PUNKT S) DARGESTELLT (AUFGENOMMEN VON VOLKER VENTZKE).	125
ABBILDUNG 6.3: MIKROHÄRTEVERLAUF ENTLANG DER MITTELACHSE, PUNKT M=0MM (VOLKER VENTZKE)	125
ABBILDUNG 6.4: EXPERIMENTELLE POLFIGUREN DES AL AUSGANGSMATERIALS DARGESTELLT IN 5°X5°.	128
ABBILDUNG 6.5: AUSGANGSPOLFIGUREN DES 316L TEILS UNKORRIGIERT, DARGESTELLT IN 10°X10°.	128

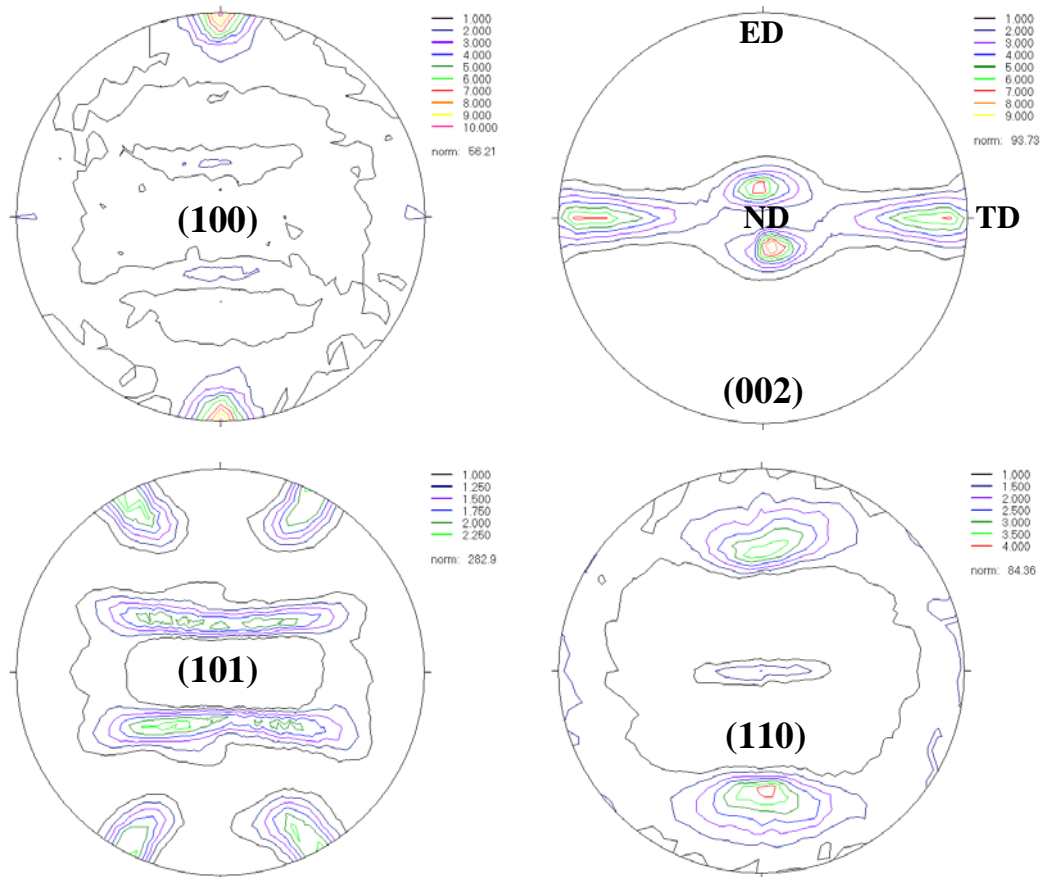
## Abbildungsverzeichnis

---

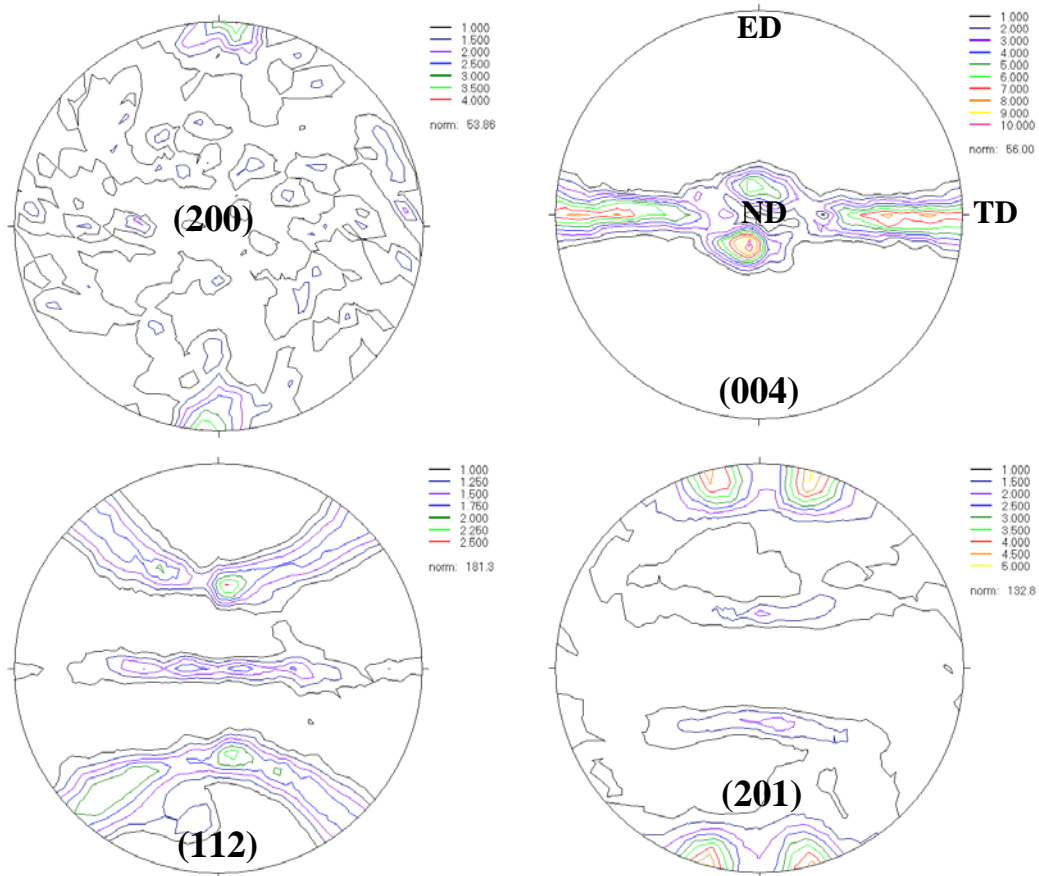
ABBILDUNG 6.6: AUSGANGSPOLFIGUREN DES 316L PROBENTEILS KORRIGIERT, DARGESTELLT IN 10°X10°.	129
ABBILDUNG 6.7: OVF-SCHNITTE DER ABSORPTIONSKORRIGIERTEN AUSWERTUNG DER 316L AUSGANGSTEXTUR. SKALA IN MRD DARGESTELLT.	130
ABBILDUNG 6.8: DIFFRAKTOGRAMM DER ROTATIONSREIBSCHWEIßVERBINDUNG AUFGENOMMEN AN DER FÜGEZONE.	130
ABBILDUNG 6.9: TEXTURGRADIENT ENTLANG DER MITTELACHSE DER AL7020 PROBENSEITE INNERHALB DER WÄRMEEINFLUSSZONE.	132
ABBILDUNG 6.10: EIGENSPANNUNGSVERLAUF ENTLANG DER MITTELACHSE ÜBER DIE SCHWEIßNAHT.	133

## Anhang

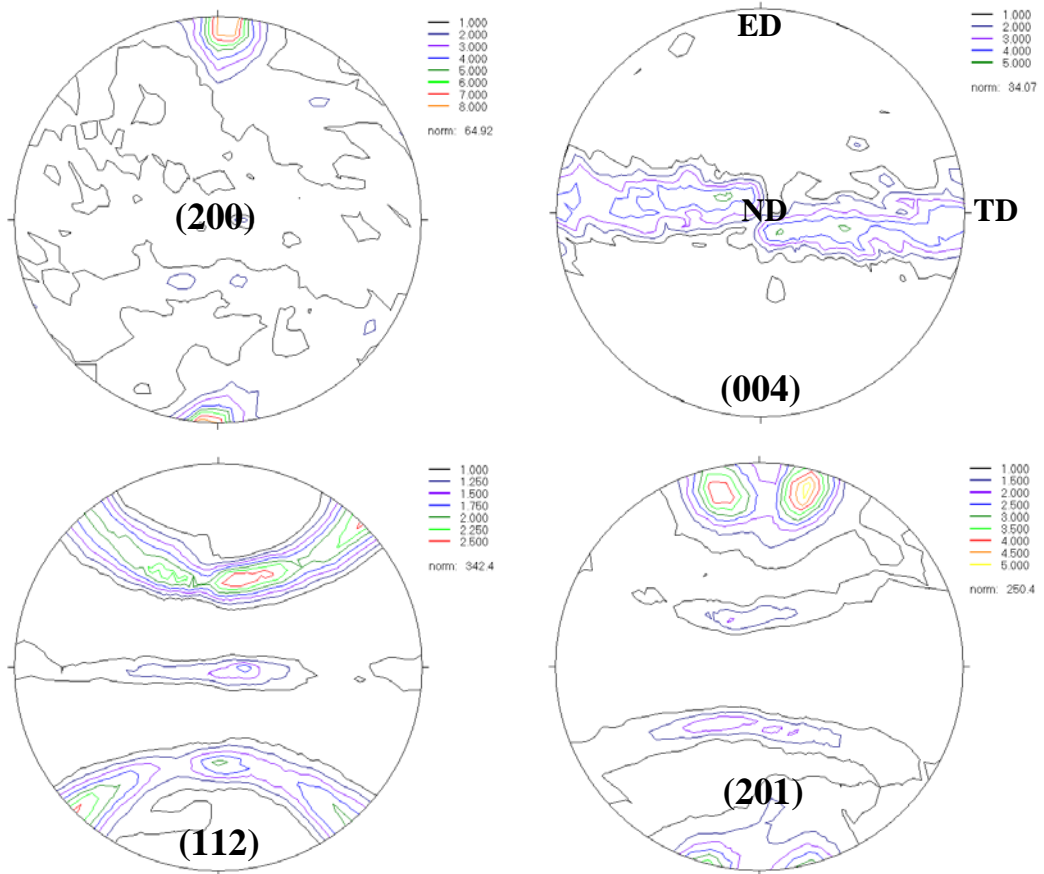
### A Polfiguren der stranggepressten Mg-ZE10 Legierung



Anhang A-1: Experimentelle Polfiguren an Punkt 1, gemessen an STRESS-SPEC.

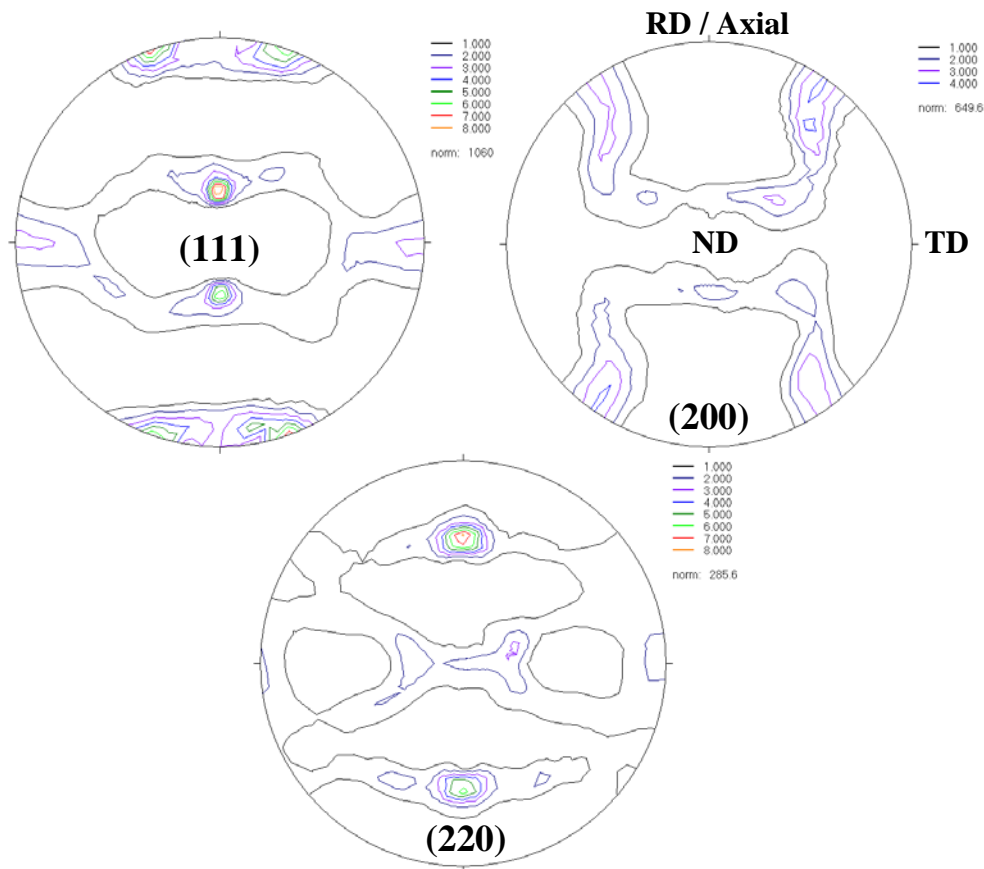


Anhang A-2: Experimentelle Polfiguren an Punkt 3, gemessen an STRESS-SPEC.

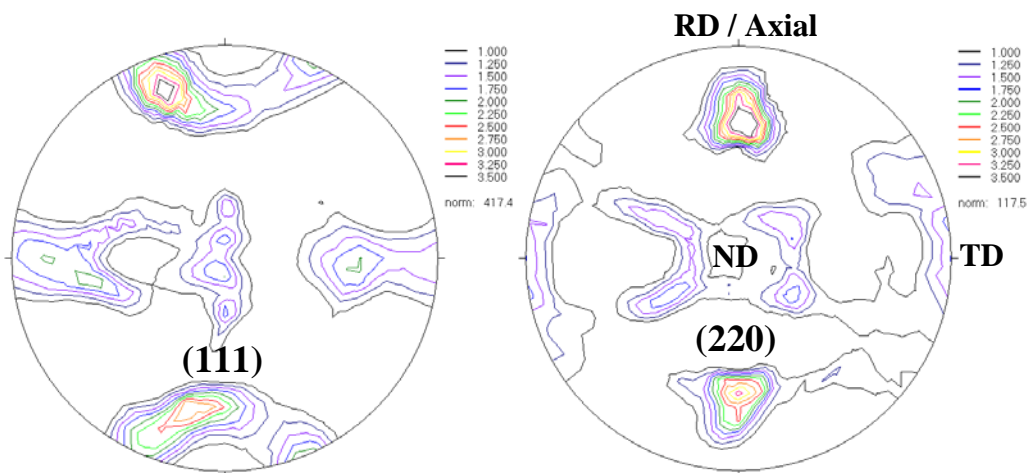


Anhang A-3: Experimentelle Polfiguren an Punkt 3.1, gemessen an STRESS-SPEC.

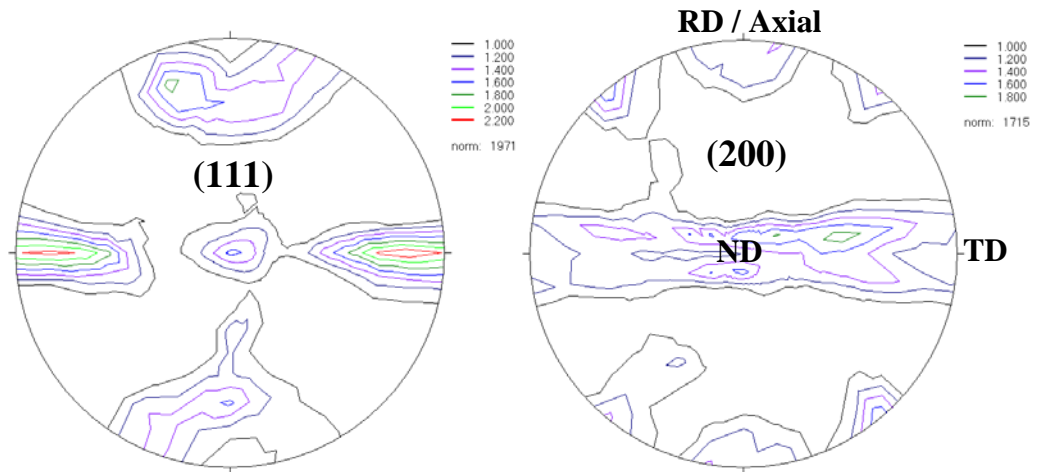
## B Polfiguren der Rotationsreibschweißverbindung



Anhang B-1: Experimentelle Polfiguren an Punkt B, gemessen an STRESS-SPEC.



Anhang B-2: Experimentelle Polfiguren an Punkt A, gemessen an STRESS-SPEC. Diese Polfiguren sind um die RD-Achse (Axial) um  $+27^\circ$  in Bezug zu Punkt B rotiert worden.



**Anhang B-3: Experimentelle Polfiguren an Punkt M (Fügezone), gemessen an STRESS-SPEC. Diese Polfiguren sind um die RD-Achse (Axial) um  $+13^\circ$  in Bezug zu Punkt B rotiert worden.**